UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA - EEL

GISELI CRISTINA RIBEIRO

**Investigação da propagação estável de trinca pelo método da
cunha em refratários: tijolo e concreto**

Lorena
2015

GISELI CRISTINA RIBEIRO

Investigação da propagação estável de trinca pelo método da
cunha em refratários: tijolo e concreto

Tese de doutorado 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: materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Miguel Justino
Ribeiro Barboza

Edição reimpressa e corrigida

Lorena – SP
Janeiro, 2015

DEDICATÓRIA

Aos amores da minha vida:
meu filho Guilherme
e meus pais Sebastião e Elizabete

“Insanidade é continuar fazendo sempre a
mesma coisa e esperar resultados diferentes.”

Albert Einstein

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 pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Ribeiro, Giseli Cristina

Investigação da propagação estável de trinca pelo método da cunha em refratários: tijolo e concreto / Giseli Cristina Ribeiro. –ed. reimpr., corr. –2015 147p.: il.

Tese (Doutor em Ciências – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo, 2014. Orientador: Miguel Justino Ribeiro Barboza

1. Refratário 2. Propagação estável da trinca 3. Método da cunha 4. Emissão acústica 5. Microestrutura I. Título.

CDU 666.3

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela minha vida e por nunca me desamparar.

Ao meu filho, presente de Deus, que enche meus dias de alegria.

Aos meus pais, Sebastião e Elizabete, verdadeiros anjos da guarda, presentes em todos os momentos.

Ao Prof. Dr. Sebastião Ribeiro pela orientação ao longo desses anos e exemplo de vida. Sem dúvida, é minha inspiração para alcançar meus objetivos, a quem devoto admiração e agradecimento.

Ao Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza, sempre disposto a colaborar, com muito conhecimento e bom humor, inclusive no aceite tão cordial da orientação deste trabalho, só tenho a agradecer.

A Escola de Engenharia de Lorena (EEL) e ao Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) por viabilizar o desenvolvimento deste trabalho, principalmente ao Programa de Pós Graduação de Engenharia de Materiais e todos nele envolvidos.

A Indústria Brasileira de Artigos Refratários Ltda, pelo apoio material e técnico, especialmente ao Dr. Waldir de Sousa Resende que além do apoio material, nos dá suporte de conhecimento.

Ao Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues, da Universidade Federal de São Carlos, que sempre colaborou com sugestões e discussões de resultados.

À Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi e ao técnico Manoel Francisco dos Santos Filho, da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho – UNESP, por nos permitir e orientar na utilização da máquina de ensaios mecânicos.

Ao Dr. Francisco Piorino Neto da Divisão de Materiais (AMR) do Instituto da Aeronáutica (IAE), e aos técnicos, pela utilização da máquina de ensaios e do equipamento de emissão acústica.

Ao Eng. Nestor Carlos de Moura, instrutor dos ensaios de emissão acústica, sem o seu conhecimento e boa vontade, os ensaios de emissão acústica não teriam sido realizados de maneira tão cuidadosa.

Ao Prof. Dr. Richard C. Bradt, que contribui desde o início do projeto, sendo em sugestões e discussões do trabalho.

A CAPES, pela bolsa de doutorado, processo 33002088001-P4.

Aos meus irmãos Júlio e Juliano, e cunhadas, Vanessa e Evanise, pelo amor, carinho e amizade de sempre.

Aos meus sobrinhos Thaís e Mateus pelos momentos de descontração.

Às amigas Ésoly S., Isabel R., Marcela O., Beatriz M. e Gabriela C. pela amizade e companheirismo.

Aos colegas do Programa de Engenharia de Materiais do DEMAR.

Aos alunos de iniciação científica que tive contato ao longo desse período, em especial ao Rodrigo Pelúcio e à Karina Ruiz.

Aos técnicos do DEMAR, em especial ao Francisco Paiva que sempre foi muito prestativo e paciente nos ensaios mecânicos.

A todos os funcionários, em especial ao Brás pelo bom humor de todos os dias, à Maria Alice e à Regina Horta pela atenção e cuidado com os trabalhos dos alunos.

Aos professores do DEMAR, em especial ao Prof. Dr. Carlos Baptista e ao Prof. Dr. Durval Rodrigues Jr.

Aos amigos e colegas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

RESUMO

Ribeiro, G. C. **Investigação da propagação estável de trinca pelo método da cunha em refratários:** tijolo e concreto. 2014. 147p. Tese (Doutorado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

Refratários são materiais com microestrutura heterogênea constituída de uma fração grosseira, os agregados, e de uma fração mais fina, a matriz, em que ambas exercem papéis fundamentais nas propriedades dos refratários, sendo a resistência ao dano por choque térmico, uma das mais importantes. Para avaliar essa questão crítica dos refratários há necessidade de se conhecer bem seu comportamento à propagação de trinca, principalmente quando submetido a uma tensão. Porém, devido à complexidade da estrutura desses materiais, o comportamento das regiões à frente e atrás da ponta da trinca sempre foi muito discutido, só que essa discussão sempre fez uso de modelos e simulações computacionais, já que é prevista uma zona de processo, em que diferentes mecanismos podem absorver energia aumentando a resistência à propagação da trinca principal. Nesta tese foi proposto o estudo experimental do comportamento da propagação de trinca em refratários, visando entender os mecanismos de resistência à propagação de trinca e o caminho das trincas propagantes, utilizando o método da cunha para propagação estável da trinca, que é o mais adequado para essa classe de materiais. Para isso foram utilizados, dois refratários distintos: tijolo e concreto, ambos de alta alumina. No tijolo, para visualização do caminho da trinca propagante após o ensaio, o caminho da trinca foi infiltrado com cola instantânea para garantir a integridade da mesma, a fim que amostras pudessem ser preparadas para análise de imagens em microscópio eletrônico de varredura. Devido à dificuldade dessa preparação, e de só ser possível observar a trinca após a propagação, um microscópio digital passou a ser utilizado *in loco* ao ensaio. Esse estudo foi realizado com o concreto, sendo possível associar o comprimento da trinca com a curva carga-deslocamento. A fim de complementar o estudo do processo de fratura, a técnica de emissão acústica (EA) passou a ser utilizada nos ensaios de propagação de trinca, já que quando um material é submetido a uma carga e as trincas se desenvolvem, há liberação

de energia de deformação do material, sendo possível capturar os dados de energia dos sinais gerados pela propagação. Sendo assim foi possível correlacionar resultados de energia de fratura, início e tamanho de trinca com as curvas carga-deslocamento, carga-tempo, e inclusive, com a contagem de sinais acumulada-tempo, que foi complementar na estimativa da zona de processo completa, ou seja, os fenômenos produzidos atingiram o estado estacionário. A região em que se encontra o final da zona de processo coincide com o fim do regime estacionário, que é onde a trinca atravessa o corpo de prova. Dessa forma, mostra-se com essa tese, que o corpo de prova utilizado para a propagação estável de trinca pelo método da cunha, nas dimensões atuais, são suficientes para o desenvolvimento de todos os mecanismos de resistência à propagação de trinca em refratários.

Palavras-chave: Refratário, Propagação estável da trinca, Método da cunha, Emissão acústica.

ABSTRACT

Ribeiro, G. C. **Investigation of stable crack propagation by the wedge splitting method in brick and concrete refractories.** 2014. 147p. Thesis (Doctor of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

Refractories are materials with heterogeneous microstructure, consisting of a coarse fraction, aggregates, and a finer fraction, the matrix, in which both play key roles in the properties of the refractory, and the resistance to thermal shock damage, one of the most important. To examine this critical issue of the refractory is no need to be familiar with their behavior to crack propagation, especially when subjected to a stress. The behavior of the regions ahead of and behind the crack tip has been discussed exhaustively, because a process zone was envisaged in which different mechanisms could absorb energy, thus increasing the propagation resistance of the main crack. However, this discussion has always been based on the use of models and computer simulations. The thesis presented here proposes an experimental study of the behavior of crack propagation in refractories, aiming to understand the mechanisms of crack propagation resistance and the crack propagation path, using the wedge splitting method to achieve stable crack propagation. To this end, two different refractory materials were used: brick and concrete, both high alumina. Based on the stable crack propagation test by the wedge method, techniques were sought that would aid in the visualization of crack propagation. In brick, the crack path was infiltrated with instant glue and infiltrated samples were examined by scanning electron microscopy (SEM); however, in addition to proving laborious, the crack was only visible after its propagation. In the case of concrete, this study was performed *in loco* during the test, using a digital microscope in combination with the acoustic emission (AE) technique. AE is defined as the generation of stress waves stored energy is suddenly released from localized sources within a material subjected to external loads. By means of the fracture energy data and the AE signals, it was possible to observe the entire fracture process and to correlate the results of fracture energy and crack onset and size with the load-displacement and load-time curves, and even the count of signals accumulated over time. This information was complementary to estimate the complete process zone, i.e., the phenomena produced reached the steady

state. This study demonstrated that the dimensions of the test specimen used for stable crack propagation by the wedge splitting method suffice for the development of all the mechanisms of crack propagation resistance in refractories.

Keywords: Refractory, Crack propagation, Wedge splitting test, Acoustic emission.

Lista de Figuras

Figura 4.1 - Desenho esquemático ilustrativo da constituição de um refratário....	27
Figura 4.2 - Esquema de visualização de uma amostra de concreto: (a) imagem de tomografia computadorizada e (b) amostra reconstruída. As esferas pretas em (a) são poros.....	28
Figura 4.3 - Variação do módulo de Young, E , e da retração, $\Delta L/L_0$, em função da temperatura de tratamento térmico de uma pasta de cimento utilizada como a matriz de um concreto refratário.....	30
Figura 4.4 - Micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura, MEV, de superfícies de fratura de amostras preparadas com $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$, sinterizada a 1300°C (a) e 1550°C (b) por 2 horas, mostrando a formação e a morfologia do CA_2 e do CA_6 , respectivamente.....	30
Figura 4.5 - Transformações que podem ocorrer durante a cura e queima de concretos refratários de alumina e contendo CAC.....	31
Figura 4.6 - Cavidade elíptica com suas respectivas características (a) e concentração de tensão na cavidade elíptica (b) – a letra grega ρ é o ângulo de curvatura da cavidade.....	33
Figura 4.7 - Configuração dos modos de trinca e direção da propagação de trinca (campo de tensões na frente da ponta da trinca.....	34
Figura 4.8 - Modos de fratura a nível atômico.....	36
Figura 4.9 - Sistema de trinca plana estática, mostrando a extensão incremental do comprimento da trinca “c” dc, corpo elástico “B”; superfície da trinca “S” e carga aplicada “A”.....	38
Figura 4.10 - Energias da trinca de Griffith para tensão uniforme e tensão plana.....	40
Figura 4.11 - Amostra simples para definição de taxa de liberação de energia mecânica.....	42
Figura 4.12 - Modelo de Dugdale (a) e Modelo proposto por Hillerborg em 1976 (b).....	47
Figura 4.13 - Caso geral da variação da tensão, σ , com a abertura da trinca, w	48
Fig. 4.14 - Esquema da zona de processo de uma trinca em propagação para materiais refratários – Adaptado.....	49

Figura 4.15 - (a) Curva carga-deslocamento típica de um material submetido ao teste de propagação estável de trinca, mostrando as principais regiões. (b) Iniciação e propagação de uma trinca em materiais não totalmente frágeis.....	50
Figura 4.16 - (a) Trinca coesiva mostrando os elementos importantes para avaliação do processo de trincamento e (b) curva tensão-deslocamento da abertura da boca da trinca - função amolecimento.....	51
Figura 4.17 - Região de interação da trinca de um teste com (a) comprimento de ligamento longo o suficiente para o trincamento em estado estacionário (b_0 é muito maior que l_p) e (b) comprimento de ligamento pequeno que resulta em uma fratura transiente (b_0 é menor que l_p).....	52
Figura 4.18 - Corpo com propagação ocorrendo interação entre as faces da trinca: (a) ligamento longo suficiente para atingir o estado estacionário (b_0 é muito maior que l_b) e (b) ligamento pequeno mostrando somente estado transiente de propagação da trinca (b_0 é menor que l_b).....	53
Figura 4.19 – Esquema de curva-R em contraste com curva-R plana.....	55
Figura 4.20 - Três curvas típicas carga-tempo representando: (A) fratura catastrófica, (B) e (C) fratura estável.....	58
Figura 4.21 - Curva carga-deslocamento de um concreto refratário submetido ao ensaio propagação estável de trinca pelo método da cunha.....	58
Figura 4.22 - (a) Geometria e dimensões da amostra para medida da energia de fratura pelo método da flexão em três pontos, e (b) seção transversal, mostrando a área por onde a trinca se propaga.....	59
Figura 4.23 - Fotografia da superfície de fratura de um concreto refratário com agregados de até 22 mm, com um entalhe simulado.....	60
Figura 4.24 - (a) Disposição dos suportes, dos roletes e da cunha na amostra a ser ensaiada; (b) seção transversal da amostra mostrando o entalhe e os sulcos laterais; e (c) geometria com as dimensões da amostra. Todas as dimensões apresentadas estão em milímetros.....	61
Figura 4.25 - Corpo de prova usado adaptado: (a) desenho esquemático e (b) corpo de prova moldado.....	63
Figura 4.26 - Curvas carga-deslocamento dos corpos de prova de argamassa ensaiada em três diferentes posições dos roletes.....	64
Figura 4.27 - Carga máxima (a) e energia de fratura (b) em função da distância do centro dos roletes à ponta do entalhe.....	64
Figura 4.28 - Parâmetros típicos dos sinais de EA.....	68
Figura 4.29 - Diagrama típico de um sistema de detecção de EA.....	69

Figura 4.30 - Gráficos de Amplitude (db) por Tempo (s) registrando os sinais típicos de explosão (a) e sinais contínuos (b) de sistema de detecção de EA.....	70
Figura 4.31 - Parâmetros de sinais, do tipo explosão, de EA.....	71
Figura 4.32 - Carga x Contagem acumulada de eventos: (a) argamassa grossa; (b) argamassa fina; (c) pasta normal de cimento; (d) pasta de cimento DSP (partículas pequenas).....	73
Figura 4.33 - Posições da origem dos eventos capturados pelos sinais de EA em argamassa grossa e fina.....	74
Figura 5.1 - Curva de distribuição granulométrica da matéria-prima para produção do tijolo refratário.....	78
Figura 5.2 - Fluxograma simplificado do procedimento experimental, sendo: γ_{wof} a energia total de fratura ($J.m^{-2}$); MEV corresponde às análises de imagens via microscópio eletrônico de varredura.....	79
Figura 5.3 - (a) Tijolo como recebido; (b) e (c): Corpo de prova retificado, entalhado e ranhurado a partir do tijolo como recebido.....	80
Figura 5.4 - Corpo de prova, ranhurado e entalhado com dispositivo da cunha montado, antes do teste (a), e, durante a execução dos testes (b).....	80
Figura 5.5 - (a) Corpo de prova utilizado no ensaio de energia de fatura pelo método da cunha; (b) Corte central na secção longitudinal do corpo de prova infiltrado; (c) Vista do corpo de prova após três cortes longitudinais.....	81
Figura 5.6 - Curva de distribuição granulométrica do concreto refratário, como recebido.....	8
	3
Figura 5.7 - Fluxograma simplificado do procedimento experimental, sendo: γ_{wof} a energia total de fratura ($J.m^{-2}$); MEV corresponde às análises de imagens via microscópio eletrônico de varredura, Instron e Shimadzu correspondem às máquinas de ensaios utilizadas.....	84
Figura 5.8 - Argamassadeira planetária: (a) vista geral e (b) detalhe interno da cuba e pá misturadora. Mesa vibratória utilizada para vibrar argamassas e concretos.....	85
Figura 5.9 - Fotografias do molde de aço inoxidável utilizado na confecção das amostras para o ensaio da cunha nas análises de energia de fratura: (a) aberto; (b) montado.....	85
Figura 5.10 - Fotografias do corpo de prova do concreto refratário: (a) vista frontal do entalhe e da base retificada; (b) vista superior mostrando o rebaixo e a ranhura.....	86

Figura 5.11 - Corpo de prova de concreto refratário durante o ensaio de propagação estável da trinca, pelo método da cunha, com extensômetro.....	88
Figura 5.12 – (a) Corpo de prova com uma das faces desbastadas até desaparecimento da ranhura. (b) Vista da base do mesmo corpo de prova, indicando o desbaste de uma face e a ranhura na outra.....	89
Figura 5.13 - (a) Sistema de acompanhamento com microscópio digital de um teste de propagação estável de trinca pelo método da cunha. (b) Detalhe do microscópio digital acoplado no suporte móvel adaptado.....	90
Figura 5.14 - (a) Corpo de prova utilizado no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha com os sensores de EA fixados na amostra; (b) Sistema de captura e transformação de sinais de EA.....	90
Figura 5.15 - Fotografias: (a) Molde para confecção das barras prismáticas para medidas de módulo de elasticidade e de ruptura; (b) Barra prismática.....	92
Figura 5.16 - Fotografias do equipamento utilizado para medida do módulo de elasticidade.....	93
Figura 6.1 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície polida do tijolo refratário.....	97
Figura 6.2 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície polida do concreto refratário.....	98
Figura 6.3 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície de fratura do tijolo refratário.....	99
Figura 6.4 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície de fratura do concreto refratário.....	99
Figura 6.5 - Curva carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 90% da carga máxima.....	101
Figura 6.6 - Corpo de prova do tijolo refratário, aberto após ensaio para medida da área fraturada.....	101
Figura 6.7 - Curva carga-deslocamento dos corpos de prova ensaiados até decaimento de 5%, 55%, 60% e 90% da carga máxima.....	102
Figura 6.8 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 5% da $C_{m\acute{a}x}$	104
Figura 6.9 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 55% da $C_{m\acute{a}x}$	105

Figura 6.10 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 60% da $C_{m\acute{a}x}$	106
Figura 6.11 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 90% da $C_{m\acute{a}x}$	107
Figura 6.12 - Curvas carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 5% da carga máxima, descarregada e ensaiada até 90% da nova carga máxima.....	110
Figura 6.13 - Curvas carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 55% da carga máxima, descarregada e ensaiada até decaimento de 90% da nova carga máxima.....	110
Figura 6.14 - Curvas carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 60% da carga máxima, descarregada e ensaiada até decaimento de 90% da nova carga máxima.....	111
Figura 6.15 - Curvas carga-deslocamento do mesmo corpo de prova em oito em carregamentos específicos.....	112
Figura 6.16 - Curva carga x deslocamento típica do corpo de prova do concreto refratário em estudo, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha.....	115
Figura 6.17 - Curva carga x deslocamento do concreto queimado a 1000°C, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamentos distintos no mesmo corpo de prova.....	116
Figura 6.18 - Curva carga-deslocamento a partir da união dos intervalos obtidos por carregamentos distintos.....	117
Figura 6.19 - Curva carga x CMOD do concreto queimado a 1000°C, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamentos distintos no mesmo corpo de prova.....	118
Figura 6.20 - Gráfico da porcentagem da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura para cada ciclo de carregamento.....	119
Figura 6.21 - Gráfico da porcentagem acumulada da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura em função de cada ciclo de carregamento.....	120
Figura 6.22 - Curva carga x deslocamento do concreto refratário queimado a 1000°C, com indicação das regiões de propagação da trinca.....	121
Figura 6.23 - Montagem das imagens obtidas com microscópio digital do concreto refratário durante o ensaio de propagação estável de trinca.....	122

Figura 6.24 - Curva carga-deslocamento do concreto refratário queimado a 1000°C, obtida no ensaio de propagação estável de trinca, com ciclos de carregamento interrompidos ao decaimento de 10% da carga máxima atingida em cada ciclo no mesmo corpo de prova.....124

Figura 6.25 - Montagem das imagens obtidas com microscópio digital do concreto refratário durante o ensaio de propagação estável de trinca – carregamentos interrompidos.....125

Figura 6.26 - Curva carga-deslocamento obtida no ensaio de propagação estável de trinca, com acompanhamento da técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário em estudo.....128

Figura 6.27 - Resposta dada pelo software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário em estudo, sendo as respostas em: (a) Amplitude e número de hits em função do tempo; (b) Energia e número de hits em função do tempo.....129

Figura 6.28 - Resposta do software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário, sendo as respostas em: (a) Contagem por amplitude; (b) Quantidade de Hits por canal; (c) Energia por tempo; (d) Amplitude em cada canal; (e) Energia por cana; e (f) Contagem de sinais por tempo.....131

Figura 6.29 - Resposta dada pelo software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário em estudo, em função do “número de hits por tempo” nos dois canais.....132

Figura 6.30 - Curva carga-tempo com captura de energia-tempo pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário.....133

Figura 6.31 - Curva carga-tempo com captura de energia acumulada-tempo pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário.....134

Figura 6.32 - Curva carga-tempo obtida no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com captura de contagem de sinais pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário em estudo.....135

Figura 6.33 - Curva carga-tempo obtida no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com captura de contagem acumulada pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário em estudo.....135

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	23
2.	OBJETIVOS	25
3.	ORIGINALIDADE E CONTRIBUIÇÕES CIENTÍFICAS	26
4.	REVISÃO DE LITERATURA	27
4.1	<i>Refratários</i>	27
4.2	<i>Mecânica da fratura</i>	32
4.2.1	<i>Histórico do desenvolvimento da Mecânica da Fratura</i>	32
4.2.2	<i>Mecânica da Fratura Linear Elástica</i>	35
4.2.2.1	Visão microscópica do conceito de tensão coesiva e módulo de elasticidade	35
4.2.2.2	Conceito de balanço de energia de Griffith	38
4.2.2.3	Taxa de liberação de energia mecânica, G	41
4.2.2.3.1	Definição	44
4.2.2.3.2	Taxa de liberação de energia mecânica crítica, G_C	45
4.2.3	<i>Mecânica da fratura não linear elástica</i>	46
4.2.3.1	Zona de processo e trincas coesivas	46
4.2.3.2	Estado estacionário	51
4.2.3.3	Curvas-R para refratários	54
4.3	<i>Energia de fratura de materiais com estrutura complexa</i>	56
4.3.1	Definição	56
4.3.2	Métodos para determinação da energia de fratura	59
4.4	<i>Emissão acústica</i>	66
5.	MATERIAIS E MÉTODOS	76
5.1	<i>Tijolo refratário</i>	77
5.1.1	<i>Fluxograma geral do procedimento experimental</i>	78
5.1.2	<i>Preparo dos corpos de prova</i>	78

5.1.3	<i>Ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha.....</i>	79
5.2	Concreto refratário.....	82
5.2.1	Fluxograma geral do procedimento experimental.....	83
5.2.2	<i>Preparo dos corpos de prova.....</i>	83
5.2.2.1	Moldagem.....	83
5.2.2.2	Cura.....	86
5.2.2.3	Secagem.....	86
5.2.2.4	Sinterização.....	86
5.2.2.2	Retificação.....	86
5.2.3	<i>Ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha.....</i>	87
5.2.3.1	Determinação da energia de fratura.....	87
5.2.3.2	Acompanhamento do crescimento de trinca utilizando microscópio digital.....	87
5.2.3.3	<i>Acompanhamento do crescimento de trinca com a técnica de emissão acústica (EA).....</i>	90
5.2.4	<i>Caracterização complementar dos materiais.....</i>	92
5.2.4.1	Módulo de elasticidade.....	93
5.2.4.2	Resistência em flexão em 3 pontos	93
5.2.4.3	Absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente.....	94
5.2.4.4	Análise microestrutural	94
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	95
6.1	Caracterização dos materiais utilizados.....	95
6.1.1	Módulo de elasticidade e módulo de ruptura.....	95
6.1.2	Absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente.....	96
6.1.3	Análise microestrutural.....	96
6.2	Resultados obtidos nos ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha: tijolo refratário.....	100

6.2.1	<i>Determinação da energia de fratura total.....</i>	100
6.2.2	<i>Avaliação do comprimento de trinca.....</i>	101
6.2.2.1	<i>Influência do comprimento da trinca no trabalho de fratura.....</i>	109
6.2.3	<i>Ciclos de carregamento.....</i>	111
6.3	Resultados obtidos nos ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha: concreto refratário.....	114
6.3.1	<i>Determinação da energia de fratura.....</i>	114
6.3.2	<i>Comportamento das curvas carga-deslocamento e carga-CMOD durante os ciclos de carregamento.....</i>	115
6.3.3	<i>Observação do comprimento da trinca por meio de um microscópio digital.....</i>	120
6.3.4	<i>Utilização da técnica de emissão acústica (EA) durante os ensaios de propagação estável da trinca pelo método da cunha.....</i>	127
7.	CONCLUSÕES.....	136
8.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	137
	REFERÊNCIAS.....	138

1. INTRODUÇÃO

Refratários são materiais com microestrutura heterogênea constituída por uma fração grossa, chamada de agregados, e uma fração mais fina chamada de matriz, em que ambas exercem papéis fundamentais nas propriedades dos refratários, sendo que uma das mais importantes é a resistência ao dano por choque térmico, ou seja, sua resistência à propagação de trincas provocadas por variações bruscas de temperaturas ou por diferenças de coeficientes de expansão térmica de seus constituintes durante sua utilização. Para avaliar essa questão crítica dos refratários há necessidade de se conhecer bem seu comportamento à propagação de trinca, principalmente quando submetido a uma tensão.

Como os materiais cerâmicos podem ou não obedecer às regras da mecânica linear elástica da fratura, como é o caso das cerâmicas puramente frágeis, como o nitreto de silício e o carbetto de silício, que obedecem. Por outro lado, as cerâmicas com capacidade de tenacificação não obedecem essas regras, como é o caso da zircônia e dos refratários de modo geral, pois essas cerâmicas apresentam comportamento de curva R crescente, ou seja, aumentam sua resistência a propagação de trincas com o avanço ou tamanho das mesmas, tornando muito complexa a avaliação da fratura desses materiais.

Sabe-se que a região atrás da ponta da trinca exerce um papel importantíssimo na propagação de trincas principalmente em refratários por meio de mecanismos já conhecidos e amplamente divulgados na literatura, como a ponte de agregado, o atrito entre eles e a matriz, a deflexão de trincas, entre outros. Experimentalmente muito pouco se tem publicado sobre o assunto e é *nesse ponto que esse trabalho proposto mostra sua originalidade*.

O grande desafio é estudar o comportamento dos materiais tanto à frente quanto atrás da ponta da trinca para perfeito entendimento da fratura dos refratários. Um dos pesquisadores que estuda esse assunto com grande intensidade e com uma contribuição muito significativa é o Dr. Richard C. Bradt da Universidade do Alabama – Estados Unidos da América, que inclusive fez contribuições no desenvolvimento desse projeto, participando desde a escolha do material estudado até a discussão dos primeiros resultados. Mesmo ele, que tem amplo domínio sobre fratura de refratários, afirma em seus artigos e cursos que poucos pesquisadores arriscam trabalhar nessa área devido à grande dificuldade

de entendimento e análise de resultados para esses materiais de microestrutura complexa.

Nesta tese propõe-se estudar experimentalmente o comportamento da propagação de trinca em refratários visando entender os mecanismos de resistência à propagação de trinca e o caminho das trincas propagantes, utilizando o método da cunha para propagação estável da trinca. Para isso foram utilizados, dois materiais refratários distintos: tijolo e concreto, sendo ambos de alta alumina.

Partindo do ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, buscou-se técnicas que auxiliassem na visualização da propagação da trinca. Primeiramente, no tijolo, fez-se o uso do microscópio eletrônico de varredura em amostras infiltradas com cola instantânea após o ensaio, que foi um tanto trabalhoso e só era possível ver a trinca após a propagação. Com o concreto esse estudo foi feito *in loco* ao ensaio, com o auxílio de um microscópio digital, sendo então possível acompanhar a propagação durante o ensaio, gerando uma estimativa da região da zona de processo completa.

Nesse ponto do trabalho surge a idéia da aplicação da emissão acústica (EA) para acompanhar essa propagação da trinca no concreto, pois quando um material é submetido a uma carga e as trincas se desenvolvem, há uma liberação súbita de energia de deformação do material, criando uma onda de tensão elástica que se desloca a partir do ponto de origem até ao limite do material. Estas ondas acústicas produzidas por cada micro-trinca, gera uma onda transitória única e o desenvolvimento dessa zona pode ser detectada com um equipamento adequado de EA, medida pelos sensores para produzir informações adequadas sobre o limiar de tensão do material.

Logo, quando se acompanha o ensaio de propagação estável de trinca com observação do caminho da mesma, *in loco*, utilizando um microscópio digital e associa os dados de energia e de sinais capturados pela técnica de EA, é possível observar todo o processo de fratura, podendo correlacionar resultados de energia de fratura, início e tamanho de trinca com as curvas carga-deslocamento, carga-tempo, e inclusive, com a contagem de sinais acumulada-tempo, que foi complementar na estimativa da zona de processo completa, ou seja, os fenômenos produzidos atingiram o estado estacionário.

2. OBJETIVOS

Sabendo que o comportamento das regiões à frente e atrás da ponta da trinca é um assunto muito discutido, pois é prevista uma zona de processo contando com vários mecanismos que absorvem energia, aumentando a resistência à propagação da trinca principal, propôs-se:

- Estudar experimentalmente, baseado em fundamentação teórica, o comportamento da propagação de trinca em refratários visando entender os mecanismos de resistência à propagação de trinca e caminho das trincas propagantes.
- Utilizar o método da cunha para propagação estável da trinca na avaliação da energia de fratura, bem como mostrar que é um método adequado para o desenvolvimento de toda a zona de processo da trinca propagante.
- Avaliar técnicas para determinar o comportamento da propagação de trincas em materiais com estrutura complexa.
- Contribuir com a formação de recursos humanos na caracterização e avaliação de danos de materiais com microestrutura complexa.

3. ORIGINALIDADE E CONTRIBUIÇÕES CIENTÍFICAS

O estudo da propagação de trincas em refratários é pouco desenvolvido, isso porque sua microestrutura é bastante complexa, o que dificulta a observação da propagação, provocando uma certa resistência à iniciação de pesquisas nessa área. As pesquisas encontradas, contam com muitas publicações de conceituação fundamental e de simulações, mas sob o ponto de vista de avaliação experimental da propagação de trincas em refratários muito pouco se encontra.

Nesse sentido, esse trabalho é inédito, pois detalha-se experimentalmente, com fundamentação teórica da mecânica da fratura não linear elástica, para isso fez-se o uso de diferentes técnicas que se complementaram, dentre elas a emissão acústica (EA), que é uma técnica não tão nova, porém ainda não utilizada no estudo de materiais refratários.

Dessa maneira, pode-se dizer que essa tese foi um ponto inicial para o estudo experimental do comportamento da propagação de trincas em refratários com o uso da emissão acústica, e que muito ainda pode ser aprofundado aliando as técnicas aqui utilizadas.

4. REVISÃO DE LITERATURA

4.1 Refratários

Refratários são materiais cerâmicos resistentes a altas temperaturas e usados predominantemente como revestimentos de fornos e equipamentos industriais para processamento de materiais em elevadas temperaturas. As indústrias do cimento, do vidro, a petroquímica e a metalúrgica, são exemplos de indústrias que fazem uso dos refratários, sendo que, a siderúrgica, se destaca na indústria metalúrgica, já que apresenta uma demanda em torno de 70% dos refratários consumidos ⁽¹⁻⁴⁾.

A estrutura dos refratários é classificada como complexa, sendo constituída basicamente de duas partes distintas: uma constituída por matérias primas com granulometria mais fina chamada de matriz, a outra mais grosseira chamada de agregado, distribuídos aleatoriamente na matriz. As quantidades, as composições química, mineralógica e granulométrica, além da forma e textura das partículas das matérias-primas que constituem os refratários são fundamentais para produzirem as propriedades desejadas para esses materiais durante o trabalho, logo a aplicação rege a composição ⁽⁵⁻⁹⁾.

As Figuras 4.1 e 4.2 ilustram um material refratário com seus principais constituintes, sendo a matriz, a parte fina, os agregados a parte graúda, bem como a presença de impurezas, microtrincas e porosidade. Partículas menores que 100 µm compõem a matriz, já as partículas maiores que 100 µm compõem a fração de agregados ^(10,11).

Figura 4.1 - Desenho esquemático ilustrativo da constituição de um refratário.

Fonte: (1).

Figura 4.2 - Esquema de visualização de uma amostra de concreto: (a) imagem de tomografia computadorizada e (b) amostra reconstruída. As esferas pretas em (a) são poros.

Fonte: (11).

Quanto à forma, os refratários podem ser classificados em formados, como os tijolos e blocos, e em não formados ou monolíticos, como os concretos. Atualmente, a maior parte das aplicações dos refratários são na forma de concreto devido às suas propriedades, custo e facilidade de aplicação ^(1,7,12). Também podem ser classificados conforme sua função, se é isolante térmico, por exemplo, ou quanto à característica química (composição).

Os refratários formados apresentam geometria (formato) e dimensões padronizadas, como por exemplo: formato arco, cunha, radial, paralelo etc. São produtos prensados e queimados em alta temperatura apresentando composições químicas e propriedades físicas que variam de acordo com os locais de aplicação.

Para a produção dos concretos refratários o cimento de aluminato de cálcio, CAC, é usado como agente de pega hidráulica, porém, devido aos problemas gerados na deterioração de fornos em alta temperatura pelo CaO presente no cimento, têm-se usado os concretos de baixo ou ultra baixo teor de cimento, e até mesmo os concretos sem cimento. Esses concretos sem cimento podem usar a alumina reativa que é responsável pela formação de um gel na estrutura para hidratação ^(1,4,12,13).

Dessa forma, os concretos refratários são classificados de acordo com o teor de CaO contido da seguinte maneira: (a) convencional ($\text{CaO} > 2,5\%$), (b) baixo ($2,5\% > \text{CaO} > 1,0\%$), (c) ultra baixo cimento ($1,0\% > \text{CaO} > 0,20\%$) e zero cimento ($\text{CaO} < 0,2\%$) ⁽¹⁴⁾.

Com a adição de água após a mistura das matérias-primas sólidas (cimento, agregados e finos), inicia-se o fenômeno da hidratação, formando uma estrutura rígida no concreto a verde e que influencia nas propriedades finais após a queima. Na hidratação podem ser formadas várias fases, com composições químicas e mineralógicas diferentes e com quantidades também diferentes. Isso depende de vários fatores, por exemplo, temperatura de cura, relação $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (C/A), quantidade de água e presença de impurezas tanto na solução de aluminato quanto na superfície do agregado e temperatura. O desenvolvimento teórico e prático do processo de hidratação de um concreto refratário pode ser visto de forma clara e detalhada na literatura ^(4,12,15,16).

Um concreto após a cura quando submetido à queima, dependendo da temperatura atingida, sofre alterações das fases constituídas durante a cura bem como variação da composição química, principalmente no tocante à água, pois durante o aquecimento o concreto se desidrata. Essas variações promovem uma mudança microestrutural podendo levar a uma melhoria ou diminuição da resistência mecânica do refratário, inclusive a variações de sua densidade, de estrutura e de distribuição e tamanho de poros ^(5,17).

Alguns trabalhos mostram que quando esses materiais são aquecidos entre 200 e 300°C, a sua resistência mecânica é reduzida em relação àquela somente curada e isso é atribuído ao aumento da porosidade do corpo provocada pela perda da água de hidratação.

A Figura 4.3 ilustra um dos exemplos de variação de propriedades em função da temperatura de tratamento térmico dos refratários, que é a variação do módulo de elasticidade e da retração. As amostras usadas para esse trabalho foram de uma argamassa com relação água/cimento igual a 0,33 ⁽⁵⁾. Observa-se que a partir de 1100°C há uma visível recuperação do módulo de elasticidade, e isso é atribuído ao início da formação das ligações cerâmicas (sinterização) e diminuição da porosidade, aumentando, portanto, a resistência mecânica do material. Sendo assim, o módulo de elasticidade é afetado pela coesão entre as partículas do material, por isso sua queda quando ocorre a destruição dos hidratos e, depois, a sua recuperação com a sinterização ^(5,16).

Figura 4.3 - Variação do módulo de elasticidade, E , e da retração, $\Delta L/L_0$, em função da temperatura de tratamento térmico de uma pasta de cimento utilizada como matriz de um concreto refratário.

Fonte: (5).

A Figura 4.4 mostra microestruturas da matriz de amostras de concreto refratário sinterizadas a 1300°C e 1550°C por duas horas. Nessas micrografias podem ser observadas morfologias típicas das fases CA_2 ($CaO \cdot 2Al_2O_3$) e CA_6 ($CaO \cdot 6Al_2O_3$), indicando a evolução microestrutural com a temperatura de tratamento térmico. Isso está detalhado na literatura ⁽⁵⁾.

Figura 4.4 - Micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura, MEV, de superfícies de fratura de amostras preparadas com $CaO-Al_2O_3$, sinterizada a 1300°C (a) e 1550°C (b) por 2 horas, mostrando a formação e a morfologia do CA_2 e do CA_6 , respectivamente.

Fonte: (5).

Na Figura 4.5 pode-se visualizar, de forma completa, todo o processo de hidratação, desidratação e sinterização de um concreto refratário à base de

alumina contendo CAC, mostrando as regiões de temperatura em que ocorrem as formações e transformações de fases.

Na parte superior da figura têm-se o cimento, apresentando as fases CA ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), CA_2 ($\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$), C_{12}A_7 ($12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$), na presença de água (H) e dos agregados de alumina (A). Essas fases, quando em contato com água, se hidratam e se transformam em vários hidratos cujas estruturas cristalinas dependem da temperatura, como mostrado na figura, na faixa de 20°C a 350°C. As substâncias AH_3 e C_3AH_6 representam, respectivamente, o $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ e o $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Quando a temperatura é aumentada, esses hidratos se decompõem e formam CA, CA_2 e até CA_6 dependendo da oferta e reatividade da alumina sendo que acima de 600°C não existem mais hidratos ⁽¹⁵⁾.

Figura 4.5 - Transformações que podem ocorrer durante a cura e queima de concretos refratários de alumina e contendo CAC.

Fonte: (15).

Devido a essas transformações, algumas propriedades dos refratários requerem maior atenção, como o módulo de ruptura, o coeficiente de expansão térmica linear, a condutividade térmica e a resistência ao dano por choque térmico, uma vez que as mesmas dependem da microestrutura do material em estudo ⁽¹⁾.

4.2 Mecânica da fratura

4.2.1 Histórico do desenvolvimento da Mecânica da Fratura

A história da mecânica da fratura teve início na idade da pedra, quando homem já se preocupava em fazer construções, ferramentas e armas a partir das rochas, observando o fenômeno do trincamento. Nesse período o homem já tinha uma certa noção da necessidade de adicionar energia para propagar trincas e lapidar rochas ⁽¹⁸⁾.

Por volta de 1600, Galileu Galilei foi o primeiro a estudar a influência do tamanho da fratura em estruturas para entender qual a influência do tamanho de uma trinca em relação do tamanho da estrutura e seu efeito nos resultados das propriedades medidas.

Já em 1913 Inglis observou e quantificou os efeitos da concentração de tensão em defeitos elípticos presentes em placas planas como mostrado na Figura 4.6 ⁽¹⁹⁾. Formulou uma equação que relaciona a tensão na ponta desses defeitos com seu tamanho e ângulo de curvatura, e a tensão aplicada externamente. A equação proposta por Inglis é descrita a seguir:

$$\sigma_A = \sigma \left[1 + 2 \left(\frac{c}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \quad (4.1)$$

em que:

σ_A é a tensão na ponta da trinca

σ é a tensão aplicada

c é a metade do comprimento da trinca ou defeito

ρ é o raio de curvatura da ponta da trinca ou defeito

Para complementar o estudo de Inglis e entender o mecanismo de trincamento, Alan Arnold Griffith introduziu o conceito original de Mecânica da Fratura por meio de uma investigação da fratura de componentes com defeitos, ou mais precisamente com trincas. Em 1920 mostrou uma análise sendo que o

material de pesquisa utilizado foi um vidro que considerou como material frágil ideal.

Figura 4.6 – Cavity elíptica com suas respectivas características (a) e concentração de tensão na cavity elíptica (b) – a letra grega ρ é o ângulo de curvatura da cavity.

Fonte: (19).

O maior feito deixado por Griffith foi a introdução do conceito de equilíbrio do sistema em função do balanço de energia elástica de deformação e a energia de superfície gerada devido à propagação da trinca ⁽¹⁸⁾.

George Rankine Irwin, em 1957, apresentou um modelo de trinca plana com duas singularidades nos extremos, que parecia ser mais viável que a trinca de Griffith, pois essa, de Irwin, considerava o atrito desenvolvido entre as duas superfícies geradas pela trinca. Ele estudou a teoria da extensão da trinca de Griffith para uma trinca arbitrária e propôs o critério para o crescimento dessa trinca.

O critério proposto por Irwin dizia que a taxa de liberação de energia, G , tem que ser maior que o trabalho crítico, G_c , necessário para criar uma nova unidade de trinca ⁽¹⁸⁾.

Irwin baseado no método de Westergard também mostrou que o campo de tensões em torno da ponta da trinca em uma peça predominantemente elástica é satisfatoriamente determinado. Esse campo de tensões obedecia a uma determinada distribuição em função da posição do ponto em questão, expresso

em coordenadas polares e pode ser medido pela quantidade K (K em homenagem a KIES, um colega de Irwin), denominada por Fator de Intensidade de Tensão. Para essa situação, modo I, Irwin propôs a seguinte equação para o fator de intensidade de tensão, K , que caracteriza a medida do campo de tensões em torno da ponta de trinca ⁽¹⁸⁾:

$$K_I = \sigma\pi c \quad (4.2)$$

A Figura 4.7 ilustra os modos de abertura de trincas e o campo de tensões na ponta de uma trinca.

Figura 4.7 - Configuração dos modos de trinca e direção da propagação de trinca (campo de tensões na frente da ponta da trinca).

Fonte: (20).

Na década de 1960 o modelo de Griffith foi aplicado para estudos em rochas naturais e concretos. Nesse período Baremblatt e Dugdale fizeram a primeira tentativa para incluir as forças coesivas na região da ponta da trinca dentro dos limites da teoria da elasticidade ⁽¹⁸⁾.

Em 1961, Kaplan focou na possibilidade de aplicar a Mecânica Linear Elástica da Fratura para concretos.

Em 1962, Mc Clintock e Walsh introduziram o conceito do fenômeno do atrito entre as faces da trinca.

Como para concretos com agregado de tamanho usual em que a Mecânica Linear Elástica não poderia ser aplicada, em 1970, Hillerborg introduziu um modelo para resolver esse problema ⁽¹⁸⁾. A partir desse período o desenvolvimento de modelos e estudos mais profundos envolvendo propagação de trincas em materiais de comportamento não totalmente frágil foi bastante intenso. Esses materiais são os de microestrutura de comportamento não linear elástico como as argamassas, concretos e alguns materiais cerâmicos avançados, como por exemplo, a zircônia.

4.2.2 *Mecânica da fratura linear elástica*

Seguido da breve revisão histórica apresentada anteriormente sobre o desenvolvimento do fenômeno da fratura, nos próximos itens serão mostrados os estudos realizados para o conhecimento teórico envolvido na geração e propagação de trincas em materiais fundamentalmente frágeis, ou seja, elásticos lineares.

4.2.2.1 Visão microscópica do conceito de tensão coesiva e módulo de elasticidade

Mesmo sob o ponto de vista atômico, para entender a fratura dos materiais, há necessidade de definir energia de fratura, módulo de elasticidade e tensão coesiva de fratura.

Considerando um material cristalino, sem falha, com célula cúbica simples, com parâmetro de rede a_0 da ordem de 0,5 nm e temperatura baixa em relação à temperatura de fusão, a Figura 4.8 mostra a estrutura da rede cristalina antes e depois de sofrer efeito de uma força externa. Mostra também as curvas de tensão e de energia potencial em função da distância interatômica.

Considerando uma força agindo paralelamente ao plano, como mostra o lado esquerdo da Figura 4.8, situações antes e depois, verifica-se que os planos se afastam na medida em que a tensão aplicada vai aumentando até a ruptura das ligações. Essa tensão é chamada de tensão coesiva teórica ou tensão de clivagem. O ponto a_0 , na curva tensão-distância interatômica, equivale ao comprimento da ligação no estado de equilíbrio. Nesse ponto a somatória das forças de atração e repulsão é igual a zero e corresponde ao menor valor de energia observado na curva de energia potencial, EP, versus distância interatômica. Baseado no desenho esquemático da Figura 4.8 e conceitos fundamentais, algumas equações podem ser descritas.

Figura 4.8 – Modos de fratura a nível atômico.

Fonte: (20).

Para a clivagem, que consiste na separação de dois planos cristalográficos ou atômicos a partir de sua posição inicial, a_0 , a tensão normal de tração para

separação aumenta, chega a um máximo e depois cai à zero, sendo a tensão máxima a tensão coesiva, σ_c . A equação que representa a curva gerada pela tensão aplicada e a distância interatômica, Figura 4.8, pode ser matematicamente expressa pela equação seguinte:

$$\sigma = \sigma_c \sin 2\pi \frac{(x - a_0)}{\lambda} \quad (4.3)$$

em que:

σ é a tensão de tração aplicada;

σ_c é a tensão coesiva;

x é a distância de separação dos planos;

a_0 é a distância de equilíbrio, e

λ é o comprimento da onda

Todas essas variáveis podem ser observadas na curva tensão-distância na Figura 4.8 ⁽²⁰⁾.

Para uma pequena distância de deslocamento do plano atômico, a partir do equilíbrio, tem-se o comportamento puramente elástico e assim o módulo de elasticidade pode ser definido pela equação seguinte:

$$E = \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right)_{x=a_0} = \left(\frac{d \left(\frac{d\sigma}{(x - a_0)} \right)}{a_0} \right)_{x=a_0} = a_0 \left(\frac{d\sigma}{dx} \right)_{x=a_0} = \sigma_c a_0 \frac{2\pi}{\lambda} \quad (4.4)$$

Sendo que a área sob a curva tensão-deslocamento representa a energia necessária para criar duas novas superfícies e tem valor $2\gamma_s$. A energia γ_s pode ser calculada de acordo com a equação seguinte ⁽²⁰⁾:

$$2\gamma_s = \int \sigma_c \sin 2\pi \left(\frac{x - a_0}{\lambda} \right) = \left[-\sigma_c \frac{\lambda}{2\pi} \cos 2\pi \frac{x - a_0}{\lambda} \right]_{a_0}^{a_0 + \lambda} = \sigma_c \frac{\lambda}{\pi} \quad (4.5)$$

Combinado as Eq. 4.4 e 4.5, tem-se:

$$\sigma_c = \left(\frac{E\gamma_s}{a_0} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.6)$$

Analisando-se a equação 4.6, observa-se que a tensão máxima de tração entre dois planos paralelos é diretamente proporcional a energia de fratura e ao módulo de elasticidade e, inversamente proporcional à distância interatômica no estado de menor energia. Após essa tensão os planos já estão tão afastados que não existe mais atração suficiente entre eles e a força externa começa a diminuir até chegar a zero ⁽²⁰⁾.

4.2.2.2 Conceito de balanço de energia de Griffith

Na Figura 4.9 pode ser visualizado um corpo “B”, com uma trinca com superfície plana “S” de comprimento “c”, submetido a um carregamento externo, fora da fronteira.

Figura 4.9 - Sistema de trinca plana estática, mostrando a extensão incremental do comprimento da trinca “c” dc, corpo elástico “B”; superfície da trinca “S” e carga aplicada “A”.

Fonte: (19).

O sistema de energia associado à formação da trinca pode ser dividido em duas partes: um termo referente à energia mecânica e outro à energia de superfície. Dessa forma a equação seguinte pode ser escrita:

$$U = U_M + U_S \quad (4.7)$$

em que: U é a energia total do sistema, U_M é a energia mecânica e U_S é a energia livre consumida para a formação de nova superfície de trinca ⁽¹⁹⁾.

A energia mecânica é constituída por dois termos, como mostra a seguinte equação:

$$U_M = U_E + U_A \quad (4.8)$$

em que: U_E a energia potencial de deformação armazenada no corpo “B” e U_A a energia potencial aplicada pelo carregamento externo a fronteira do sistema.

O equilíbrio termodinâmico é então alcançado pelo balanço dos termos das energias mecânicas e de superfície da Eq. 4.7, levando em consideração a extensão da trinca notada como “ d_C ”, podendo verificar que a energia mecânica diminui e a de superfície aumenta com a propagação ou aumento do comprimento da trinca “ d_C ”, e as seguintes condições podem ser descritas:

$$\frac{dU_M}{d_C} < 0 \quad (4.9)$$

$$\frac{dU_S}{d_C} > 0 \quad (4.10)$$

Para isso as forças de atração molecular coesivas através do “ d_C ” devem ser vencidas durante a criação das novas superfícies de fratura. Assim, o termo “ U_M ” da Eq. 4.7 favorece o crescimento da trinca enquanto o termo “ U_S ” opõe ao crescimento da trinca.

Esse é o conceito do balanço de energia de Griffith, uma afirmação formal a qual é dada pela condição de equilíbrio da equação seguinte:

$$\frac{dU}{d_C} = 0 \quad (4.11)$$

De acordo com a equação 4.11, nota-se que, no equilíbrio, a variação da energia total em relação à extensão da trinca não muda, a derivada é zero.

Griffith considerou que as forças que operam no sistema são conservativas e para confirmar sua teoria utilizou uma configuração de trinca real. Primeiramente ele usou um modelo elástico para a trinca e depois calculou os termos de energia envolvidos na Eq. 4.7. Também utilizou as análises realizadas por Inglis no que se refere à cavidade, com “b” tendendo a zero, e comprimento “2c”, Figura 4.6, e um campo de tensão uniforme, σ_A . Considerou um material isotrópico obedecendo à lei de Hooke para todas as tensões antes da fratura.

A partir de várias considerações e utilizando referências de Inglis, Griffith montou um diagrama envolvendo as energias do sistema em função do tamanho da trinca e da energia total desse sistema. Isso está representado na Figura 4.10.

Figura 4.10 - Energias da trinca de Griffith para tensão uniforme e tensão plana

Fonte: (19).

A forma matemática para esse gráfico (Fig. 4.10), ou seja, a equação deduzida para a energia total do sistema é a seguinte:

$$U(c) = -\frac{\pi c^2 \sigma_A^2}{E' + 4c\gamma} \quad (4.12)$$

em que $4c\gamma = U_s$, γ é a energia de superfície por unidade de área e E' é o módulo de elasticidade na condição de teste.

A condição de equilíbrio apresentada na Eq. 4.11 pode ser aplicada na Eq. 4.12 e considerando $\sigma_A = \sigma_F$ e $c = c_0$ pode se chegar à equação que prevê a tensão de falha do material, equação seguinte:

$$\sigma_F = \left(\frac{2E'\gamma}{\pi c_0} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.13)$$

Pela equação 4.13 vê-se que a tensão necessária para fraturar uma peça é diretamente dependente de sua rigidez elástica e da energia de superfície e, inversamente proporcional ao tamanho da trinca ou defeito inicial. Essa equação é idêntica à deduzida para separação de planos atômicos apresentada na Eq. 4.6.

4.2.2.3 Taxa de liberação de energia mecânica, G

Por ser um assunto bastante discutido na literatura, o objetivo dessa revisão é deixar mais clara a conceituação e aplicação desse parâmetro tão importante para a mecânica linear elástica.

A Figura 4.11 representa um corpo rigidamente preso (parte inferior) a ser submetido à tração, sob a carga P . Ele tem uma pré-trinca de comprimento “ c ” livre de tração entre as paredes. Após carregamento a trinca deve crescer “ dc ”, sendo μ_0 a posição marcada para avaliar a abertura da trinca.

Para o sistema apresentado na Figura 4.11 pode ser escrito:

$$\mu_0 = \lambda P \quad (4.14)$$

em que: μ_0 é o deslocamento do ponto de carga, ou seja, abertura da boca da trinca; λ é a compliance elástica e $\lambda = \lambda(c)$; P é a carga que o corpo é submetido.

Figura 4.11 - Amostra simples para definição de taxa de liberação de energia mecânica.

Fonte: (19).

A energia de deformação do sistema é igual ao trabalho elástico de carregamento e isso matematicamente é representado pela equação seguinte:

$$U_e = \int_0^{\mu_0} P(\mu_0) d\mu_0 = \frac{1}{2} P \mu_0 = \frac{1}{2} \frac{\mu_0^2}{\lambda} \quad (4.15)$$

Em um experimento a integral pode ser determinada a partir da curva carga (P) pelo deslocamento (μ_0), sendo U_e a área abaixo da referida curva.

Derivando a Eq. 4.14, tem-se:

$$d\mu_0 = \lambda dP + P d\lambda \quad (4.16)$$

Se $d\mu_0 \geq 0$, $dP \leq 0$ condição geral de carregamento para $d_c > 0$, ou seja, a trinca cresce.

O carregamento dos corpos pode ser de duas configurações principais: a) força constante ou b) deslocamento constante.

a) **força constante** - a força aplicada permanece constante durante todo o carregamento do corpo. Assim, para o carregamento constante, P, a mudança da energia potencial do sistema carregado pode ser determinada a partir da Eq. 4.16, cuja equação é a seguinte ⁽¹⁹⁾:

$$dU_A = -P d\mu_0 = -P^2 d\lambda \quad (4.17)$$

e a correspondente variação na energia elástica de deformação partindo da Eq. 4.15, tem-se a seguinte equação:

$$dU_E = \frac{1}{2} P^2 d\lambda \quad (4.18)$$

Derivando a equação 4.8, tem-se a equação seguinte:

$$dU_M = dU_E + dU_A \quad (4.19)$$

Substituindo as equações 4.17 e 4.18 na equação 4.19, tem-se a seguinte equação que representa a variação da energia mecânica total do sistema.

$$dU_M = -\frac{1}{2} P^2 d\lambda \quad (4.20)$$

Nessa equação observa-se que a variação da energia mecânica no sistema depende fortemente da carga aplicada e das propriedades do material, principalmente da rigidez.

b) **deslocamento constante** - Essa configuração é a mais usual nos estudo de propagação de trincas em cerâmicas. O deslocamento pode ser tomado como sendo o do atuador das máquinas de ensaios ou também da abertura boca da trinca, conhecido como CMOD (em inglês – Crack Mouth Opening Displacement) ⁽¹⁹⁾.

Nesse caso μ_0 é constante e as mudanças de energia são:

$$dU_A = 0 \quad \text{e} \quad dU_E = \frac{1}{2} \left(\frac{\mu_0^2}{\lambda^2} \right) d\lambda = \frac{1}{2} P^2 d\lambda \quad (4.21)$$

Substituindo a equação 4.21 na equação 4.19, é possível determinar o termo da energia de deformação, como mostra a equação seguinte:

$$dU_M = -\frac{1}{2} P^2 d\lambda \quad (4.22)$$

As equações 4.20 e 4.22 são idênticas e isso leva a concluir que a energia mecânica liberada durante o crescimento da trinca é independente da configuração do carregamento.

Outro fato importante é que nem μ_0 e nem P são constantes durante o carregamento de um sistema real, daí esse assunto ser muito mais complexo que essa simples discussão apresentada nessa revisão.

4.2.2.3.1 Definição

Depois dessa revisão geral, pode-se definir a quantidade conhecida por taxa de liberação de energia mecânica denotada pela letra **G**, como a relação entre dU_M , equação 4.22 e a área da trinca. A equação que define essa quantidade é mostrada a seguir:

$$G = -\frac{dU_M}{dC} \quad (4.23)$$

Sendo que dC é a área interfacial da trinca e G tem dimensão de energia por unidade de superfície. A Eq. 4.23 pode também ser descrita na forma de comprimento de trinca desde que essa trinca seja reta, capaz de definir sua área a partir de seu comprimento c , como:

$$G = -\frac{dU_M}{d_c} \quad (4.24)$$

Como visto anteriormente, a energia mecânica independe da configuração do carregamento e obviamente isso é válido para a taxa de liberação de energia mecânica. Dessa forma pode-se escrever a equação para G , utilizando a configuração de carregamento deslocamento constante como ⁽¹⁹⁾:

$$G = -\left(\frac{\partial U_E}{\partial C}\right)_{\mu_0} \quad (4.25)$$

Outros autores estudaram o assunto e definiram de maneiras diferentes, mas todos convergindo para um mesmo ponto. Apresentaram equações envolvendo alguns parâmetros diferentes que não modificam o conceito principal.

Segundo Kingery, G pode ser expresso como taxa de liberação de energia de deformação, que é a velocidade de perda de energia proveniente do campo de

tensão elástica durante a propagação da trinca. Ele mostrou outra forma de se determinar G , utilizando a equação seguinte ⁽²⁰⁾:

$$G = \frac{\pi c \sigma^2}{E} \quad (4.26)$$

Essa equação foi descrita a partir da seguinte equação:

$$2\gamma = \frac{\pi c \sigma^2}{E} \quad (4.27)$$

Fazendo $2\gamma = G$, tem-se a Eq. 4.26.

As medidas de G incluem as energias de deformação plástica ou viscosa necessárias para a propagação da trinca ⁽²¹⁾.

4.2.2.3.2 Taxa de liberação de energia mecânica crítica, G_C

Para uma dada amostra, G aumenta com o comprimento da trinca até alcançar um valor crítico, G_C , para o qual a trinca se torna instável e propaga rapidamente de maneira frágil ⁽²¹⁾.

Quando os corpos são submetidos ao modo I de fratura, G_C pode ser escrita como G_{IC} , que é a energia necessária para aumentar a área da trinca por uma unidade de área ⁽²²⁾. G_{IC} é equivalente a K_{IC} .

A energia de superfície específica, γ , é a energia necessária para gerar uma unidade de nova área de trinca, considerando um material isotrópico e sem defeito. Dessa maneira duas superfícies são geradas durante a extensão da trinca e a equação seguinte pode ser escrita para taxa de liberação de energia elástica crítica, G_{IC} ⁽²²⁾.

$$G_{IC} = 2\gamma \quad (4.28)$$

Uma das equações mais importante de Griffith é mostrada a seguir:

$$\sigma_f = \left(\frac{2E\gamma}{\pi c} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.29)$$

Substituindo na Eq. 4.29 o valor 2γ da equação 4.28, tem-se a seguinte equação para a tensão de ruptura de um material frágil:

$$\sigma_f = \left(\frac{EG_{IC}}{\pi a} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.30)$$

Alguns pesquisadores têm sugerido a integração da curva força-deslocamento até o ponto máximo como uma medida da taxa de liberação de energia de deformação, G_C , utilizando a seguinte equação:

$$G_{IC} = \frac{1}{2A} \int_0^{P_{máx.}} P dn \quad (4.31)$$

Sendo a energia de deformação elástica uma função do tamanho do material a simples atribuição da carga máxima, $P_{máx.}$, não é fundamentalmente correta, mas o valor de G_C determinado pelo método da cunha e corpos de prova de mesmo tamanhos, talvez seja uma aproximação satisfatória para propostas dentro de uma classe única de refratários ⁽²³⁾.

4.2.3 Mecânica da fratura não linear elástica

Até esse item, a revisão da literatura fez referência às propriedades elásticas dos materiais cerâmicos em que somente a parte linear da curva carga-deslocamento é levada em consideração.

Os materiais com estruturas complexas, como é o caso dos refratários e concretos, e algumas cerâmicas especiais, apresentam uma parte não linear quando submetidas a um carregamento. Nessa parte não linear há um decréscimo da carga com contínuo deslocamento. Para questões desse tipo não se pode utilizar somente os recursos da Mecânica da Fratura Linear Elástica ^(23,24).

4.2.3.1 Zona de processo e trincas coesivas

No final da década de 1950 e início da de 1960 Baremblatt e Dugdale propuseram a introdução do conceito de forças coesivas na região da ponta da

trinca dentro dos limites da teoria da elasticidade, a fim de estudar o comportamento dos materiais de estrutura complexa ^(18,25).

As forças coesivas mencionadas por Baremblatt se referem às necessárias para vencer as barreiras de energia para separar as duas faces de uma trinca quando essas estão presas por elementos da estrutura do material, por exemplo, as pontes de agregados nos concretos. Baremblatt assumiu que as forças coesivas agiam em uma pequena zona, chamada zona coesiva, perto do final da trinca tal que as faces ficam levemente encostadas. A distribuição de forças ao longo dessa zona era desconhecida ^(18,25).

Hillerborg utilizou os modelos de Baremblatt e Dugdale para propor um novo modelo em que inclui a chamada zona de processo em uma trinca fictícia em que não houvesse completa separação das faces dessas trincas ^(18,25,26).

A Figura 4.12 ilustra os modelos de trinca de Dugdale com plasticidade na ponta da trinca (a) e modelo de trinca de Hillerborg, mostrando a zona coesiva em que a tensão σ varia com a abertura w .

Figura 4.12 - Modelo de Dugdale (a) e Modelo proposto por Hillerborg em 1976 (b).

Fonte: (26)

No modelo da trinca de Hillerborg duas zonas distintas são observadas: a primeira é a trinca real, onde não há mais transferência de tensão entre as paredes da mesma e, a segunda, é a chamada zona de dano, onde ainda há transferência de tensões entre as paredes da trinca, sendo que a tensão é função da posição avaliada ^(18,26). Nesse modelo, Hillerborg mostrou que a trinca propaga quando a tensão na sua ponta atinge um valor " f_t ", e a partir desse ponto a tensão

não cai abruptamente à zero, mas suavemente com o aumento da abertura da trinca, “ w ”. A Figura 4.13 mostra esse comportamento ⁽²⁶⁾.

Figura 4.13 - Caso geral da variação da tensão, σ , com a abertura da trinca, w .

Fonte: (26).

Em 1985, Hillerborg propôs o teste da barra entalhada e flexionada em três pontos para determinar a energia de fratura de concreto, que foi aceita como recomendação da RILEM para trabalhos posteriores e até hoje é utilizada (RILEM, The International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures, 1947). Ele chamou de G_F a energia de fratura obtida por essa técnica ^(18,27).

A mecânica da fratura linear elástica pode ser aplicada com sucesso em materiais frágeis, mas para materiais com comportamento dúctil ou para materiais cimentícios, entre outros, o tamanho da zona não linear não é desprezível devido à plasticidade ou microtrincamento. Para resolver esse problema vários estudos foram realizados, pois esses materiais são muito importantes, com uma gama muito grande de aplicações tecnológicas ⁽²⁴⁾.

A Figura 4.14 ilustra os principais componentes de uma trinca em avanço. À frente da ponta da trinca, o microtrincamento prevalece e há geralmente uma considerável ramificação da trinca, associada, principalmente, à junção das microtrincas na região. O tamanho da região de processo frontal varia de acordo com o material refratário, mas estima-se que deva ser grande, muito maior que a maioria dos corpos de prova em escala laboratorial quando totalmente desenvolvida ^(23,28-33). Isso indica que os resultados de um corpo de prova de pequena escala laboratorial, provavelmente, não geram números absolutos, porque a zona de processo de trinca está apenas parcialmente desenvolvida.

Devido a estes efeitos de tamanho, testes em escala laboratorial devem apenas fornecer valores de comparação entre diferentes microestruturas de refratários testadas com o mesmo tamanho de corpo de prova e sob as mesmas condições de ensaio ⁽²³⁾.

Outra região importante da trinca em propagação nos concretos é a região atrás da ponta da trinca chamada, também, de rastro da trinca. Elementos microestruturais dos concretos, como, por exemplo, os agregados grandes, são capazes de interagir entre as superfícies recém-formadas de trinca produzindo as pontes de agregados, sendo que outros mecanismos também são capazes de serem desenvolvidos nessa região ^(23,34).

Fig. 4.14 – Esquema da zona de processo de uma trinca em propagação para materiais refratários.

Fonte: (23) Adaptado.

Nos materiais que apresentam as estruturas típicas dos refratários, a extensão de abertura da boca da trinca, CMOD, é muito grande em relação a um material puramente frágil, portanto esses materiais são denominados de quase frágeis.

A Figura 4.15 mostra mais detalhes do processo de trincamento. Em (a) tem-se uma curva carga-deslocamento típica de um teste de propagação estável de trinca mostrando as regiões: elástica, 0-A; de transição, A-B; início do

microtrincamento, trincamento e amolecimento, B-C, que compreende a região de interação das paredes da trinca (agregado-matriz). Na figura 4.15(b), têm-se esquematicamente a correlação dos efeitos inerentes a cada região da curva carga-deslocamento (A, B e C)⁽³⁵⁾.

Figura 4.15 - (a) Curva carga-deslocamento típica de um material submetido ao teste de propagação estável de trinca, mostrando as principais regiões. (b) Iniciação e propagação de uma trinca em materiais não totalmente frágeis.

Fonte: (35).

O modelo coesivo é aplicado para analisar o local ou o crescimento lento de trinca em materiais com propriedade elástica - amolecimento progressivo (progressive softening)⁽³⁶⁾.

Na Figura 4.16 pode-se ver uma trinca em processo de evolução – ela tem uma parte em que não há mais interação entre o agregado e a matriz e nem mesmo matriz-matriz. Nessa região a tensão é nula, pois as paredes da trinca estão livres de interação (região após $w=w_c$). Depois, tem-se uma região entre a ponta da trinca e a região onde não se tem mais interação, chamada de zona coesiva, pois mesmo tendo uma trinca com certa abertura ainda há interação entre suas paredes (região entre $w=0$ e $w=w_c$), necessitando uma força para

vencer o atrito ente seus elementos – força ou tensão coesiva. Essa tensão coesiva é função da distância w , tendo seu máximo valor na ponta da trinca e zero na posição $w=w_c$. Em (b) tem-se a curva típica tensão coesiva-abertura da trinca coesiva – essa curva é conhecida por curva de amolecimento coesivo. A área sob essa curva representa a energia consumida para vencer a coesão entre as partes da trinca. Essa energia é chamada de energia fratura específica, G_F ⁽³⁷⁻³⁹⁾. Não confundir com taxa de liberação de energia, G , visto anteriormente ⁽¹⁹⁾.

Figura 4.16 - (a) Trinca coesiva mostrando os elementos importantes para avaliação do processo de trincamento e (b) curva tensão-deslocamento da abertura da boca da trinca - função amolecimento.

Fonte: (38).

4.2.3.2 Estado estacionário

Como discutido anteriormente, para se ter resultados coerentes de energia de fratura, o corpo de prova deve ser grande o suficiente para desenvolver uma zona de processo completa, conforme Figura 4.14, ou seja, o corpo de prova deve ser maior que a zona de processo e assim atingir regime estacionário durante o processo de evolução da trinca. Isso caracteriza uma situação de equilíbrio conhecida como estado estacionário.

Uma trinca se propaga em um sólido suficientemente longo, no qual todos os mecanismos de tenacificação, na região da frente da trinca ou no rastro da trinca sejam acionados e desabilitados conforme o aumento do comprimento da trinca.

As Figuras 4.17 e 4.18 mostram o comportamento de uma trinca propagando em um sólido para os casos em que haja ou não a formação do estado estacionário. Em ambas as figuras em (a) tem-se um corpo grande suficiente para atingir o regime estacionário, enquanto em (b) o corpo é pequeno em relação ao comprimento inicial da trinca, tendo assim um regime transiente e não um estacionário. Os símbolos apresentados representam ⁽³⁴⁻⁴⁰⁾:

b_0 : o comprimento íntegro do corpo de prova antes de iniciar o trincamento;

a_0 : o tamanho do entalhe artificial;

l_p : o comprimento crítico do ligamento no qual se dá o desenvolvimento da zona frontal;

l_b : o comprimento da zona de estado estacionário da trinca;

h : a dimensão da zona de interação ao redor da trinca no estado estacionário (para cerâmicas que apresentam tenacificação com o trincamento).

Figura 4.17 – Região de interação da trinca de um teste com (a) comprimento de ligamento longo o suficiente para o trincamento em estado estacionário (b_0 é muito maior que l_p) e (b) comprimento de ligamento pequeno que resulta em uma fratura transiente (b_0 é menor que l_p).

Fonte: (34).

Figura 4.18 – Corpo com propagação ocorrendo interação entre as faces da trinca: (a) ligamento longo suficiente para atingir o estado estacionário (b_0 é muito maior que l_b) e (b) ligamento pequeno mostrando somente estado transiente de propagação da trinca (b_0 é menor que l_b).

Fonte: (34).

Para a situação da Figura 4.17(a), o trabalho externo para separar completamente as duas faces do corpo de prova, é descrito pela seguinte equação:

$$W_{wof} = 2(\gamma_s + \phi_w h)b_0 B \quad (4.32)$$

em que a contribuição no estado transiente para o consumo de energia a partir da região de extensão da trinca entre $0 < \Delta a < \Delta a_1$ e $\Delta a_2 < \Delta a < b_0$, serem desprezíveis devido ao fato do estado estacionário ser suficientemente longo, isto é, a área de ligamento ser grande. A energia dissipada ou a energia residual armazenada por unidade de volume da zona de processo é denotada por ϕ_w (J/m^3), sendo B a espessura do corpo de prova e γ_s a energia de fratura de superfície. Se a Eq. 4.32 for dividida por $2b_0 B$, que é igual a $2S$ (S é a superfície de fratura), considerando o trabalho de fratura no estado estacionário, tem-se ⁽³⁴⁾:

$$\gamma_{wof} = \gamma_s + \phi_w h \quad (4.33)$$

Em concreto, a zona de processo de fratura à frente da ponta da trinca é consequência da formação de microtrincas que se unem para formar uma

macrotrinca, como ilustrado na Figura 4.14 ⁽²³⁾. Dessa forma, pode-se afirmar que γ_{wof} é diferente de γ_s , pois há um adicional de energia causado pelo processo de transformação de fase (Figura 4.17) ou microtrincamento (Figura 4.18), no caso de refratários, na região do rastro da trinca. Sendo assim, para a Figura 4.18 (a), tem-se ⁽³⁴⁾:

$$\gamma_{wof} = \gamma_s + \phi_b l_b \quad (4.34)$$

As equações 4.33 e 4.34 mostram que o tamanho da região de interação da trinca é importante, basta observar os fatores h e l_b dessas equações ⁽³⁴⁾, dessa forma pode-se dizer que as considerações teóricas de dependência de γ_{wof} com o comprimento remanescente de ligação, para o trincamento no estado estacionário, são parâmetros de características do material, no caso, materiais quase frágeis, como as cerâmicas refratárias, os cimentícios, as rochas e os compósitos cerâmicos, que apresentam microtrincamento.

4.2.3.3 Curvas-R para refratários

A curva-R é a curva-Resistência, ou seja, a curva de resistência ao crescimento de trinca. A Figura 4.19 ilustra o conceito de dois tipos de curva-R, uma crescente, e outra plana ou frágil, que é típica dos vidros, ou corpos de prova cerâmicos de pequeno tamanho de grão. A curva-R plana é representada pela linha tracejada horizontal, em que o valor de R (resistência ao crescimento de trinca A) é constante com o comprimento da trinca. Nesse instante, o valor R é apenas $2\gamma_f$, onde γ_f , é a energia da superfície de fratura. O diagrama mostra o crescimento da trinca ou região extendida da trinca à direita do zero como ΔC . O tamanho inicial da trinca no corpo de prova de teste é designado como C_i e posiciona-se na extremidade esquerda do eixo horizontal. A linha tracejada registrada como G é a taxa de liberação de energia de deformação. Para um material perfeitamente frágil, ela intercepta a curva-R plana em $C = 0$. Neste caso, o critério de fratura de $G = R$ é verificado e o material se rompe catastroficamente, produzindo uma curva de força-deslocamento perfeitamente linear elástico à fratura ⁽¹⁴⁾.

Figura 4.19: Esquema da curva-R em contraste com a curva-R plana.

Fonte: 23

Para os materiais com curva-R crescente, indicado na Figura 4.19, vê-se que quando $G=R$ e a trinca se inicia, o valor de R imediatamente aumenta e excede G , gerando um processo de crescimento de trinca quase estático com o aumento da tensão. A fratura ocorre quando $(dG/dc) \geq (dR/dc)$. A ocorrência de curva-R crescente tem dois efeitos evidentes na fratura de refratários:

- para atingir o critério de fratura, necessita-se de uma tensão mais alta, o que aumenta a resistência do refratário antes de seu rompimento catastrófico;
- durante o carregamento à fratura, é gerado um tipo de comportamento não-linear (ΔC_{NL}) – comprimento de trinca não-linear, que corresponde à região não-linear da curva carga-deslocamento convencional, ou seja, corresponde à região não-linear que antecede a carga máxima. O tamanho dessa região depende de cada material refratário, sendo que pode ser influenciada pela zona de processo de trinca e dos agregados, que afetam a formação de pontes na região seguinte do rastro depois da frente da trinca ter passado e determinam a taxa de crescimento para a curva-R no material.

Em refratários com curva-R crescente, a zona de processo é função do tamanho ou comprimento da trinca, e geralmente aumenta em tamanho com o comprimento da trinca, mas atinge um *plateau* no seu estágio de desenvolvimento mais completo. Quando se faz os testes de fratura em escala laboratorial, na

maioria das vezes, o tamanho do corpo de prova pode não ser grande o suficiente para gerar esse *plateau* ou estágio de equilíbrio da zona de processo de trinca à medida que a mesma avança, portanto a energia de fratura aumenta continuamente com o crescimento de trinca. Sendo assim, quando o tamanho do corpo de prova tem tamanho suficiente para que a condição de equilíbrio da zona de processo seja atingida, o trabalho de fratura é normalizado com base no comprimento de trinca unitário na região do *plateau*, já que o trabalho de fratura deve aumentar com o aumento do tamanho da trinca e do corpo de prova ⁽²³⁾.

Entre outras complicações, existe uma certa dificuldade na obtenção da curva-R para refratários, uma vez que a medida do comprimento da trinca deve ser *in loco* ao ensaio a fim de que se use um único corpo de prova, poucos se arriscam nessa linha de pesquisa.

Nessa tese, será usada somente a teoria de curva-R, aqui apresentada, para fundamentar alguns dos resultados.

4.3 Energia de fratura de materiais com estrutura complexa

4.3.1 Introdução

A energia de fratura total, simbolizada por γ_{wof} , pode ser definida como o trabalho de fratura médio por unidade de área projetada de fratura e representada pela equação seguinte ^(34,40,41):

$$\gamma_{wof} = \gamma_0 + \gamma_p + \gamma_R + \gamma_{ir} \quad (4.35)$$

em que: γ_0 é a energia de superfície intrínseca resultante da quebra das ligações químicas do material, Figura 4.8; γ_p é a energia proveniente de micro-deformações plásticas na ponta da trinca; e γ_R a energia média resultante da interação da trinca com a microestrutura do material. A parcela γ_{ir} representa, no caso de refratários e compósitos, processos irreversíveis particulares que

consomem energia, como no caso de fluxo viscoso. Sendo assim, a energia de fratura, γ_{Wof} , é a medida mais adequada para avaliar materiais com microestrutura complexa como os concretos refratários, do ponto de vista da resistência à propagação de trincas ^(34,40,42,43).

Para avaliação da energia de fratura, a condição de propagação estável da trinca deve ser rigorosamente obedecida e, para isso, a energia de deformação elástica acumulada na amostra e na máquina de ensaios deve ser a menor possível e transformada em energia de superfície de modo controlado. A condição necessária para tal pode ser descrita pela seguinte desigualdade:

$$-\frac{d(U_M + U_s)}{d_c} \leq \frac{dW_{fs}}{d_c} \quad (4.36)$$

em que $d(U_M + U_s)/dc$ é a variação das energias elásticas armazenadas na máquina (U_M) e na amostra (U_s), por unidade de propagação de trinca (dc), sendo esta portanto, a variação da energia potencial, e dW_{fs}/dc a variação da energia de superfície (dW_{fs}) por unidade de propagação de trinca, representando a variação da energia de formação de superfície de fratura durante o processo de propagação ⁽⁴⁴⁻⁴⁶⁾.

A energia de fratura pode ser determinada a partir da curva carga-deslocamento obtida dos dados da máquina de ensaios e pela seguinte equação ^(35,47-52).

$$\gamma_{wof} = \frac{1}{2A} \int P_M d\delta \quad (4.37)$$

em que A é a área projetada da superfície de fratura, P_M é a carga vertical aplicada pela máquina de ensaios e δ é o deslocamento do atuador da máquina.

O valor da integral $\int P_M d\delta$ é determinado pela integração da área sob a curva carga-deslocamento e é denominado de trabalho de fratura.

A Figura 4.20 ilustra três curvas em que se observa o comportamento da propagação de trinca em função tempo. As curvas (B) e (C) estão de acordo com a equação 4.36 e a curva (A) não atende o requisito para propagação estável, ou seja, a fratura é catastrófica ⁽⁵³⁾.

Figura 4.20 – Três curvas típicas carga-tempo representando: (A) fratura catastrófica, (B) e (C) fratura estável.

Fonte: (53).

Uma curva típica carga-deslocamento obtida em um teste de propagação estável de trinca de um concreto pode ser vista na Figura 4.21. Para elaboração da curva foi utilizado os dados fornecidos pela máquina de ensaios e o programa OriginPro 6.0⁽⁵⁴⁾.

Figura 4.21 – Curva carga-deslocamento de um concreto refratário submetido ao ensaio propagação estável de trinca pelo método da cunha

Fonte: (54).

É importante verificar que na determinação da energia de fratura total, utilizando as equações 4.35 e 4.37, estão contemplados todos os mecanismos envolvidos durante o processo de trincamento e que esses dependem de vários fatores como: material (estrutura), tamanho do corpo de prova, velocidade de carregamento ou deslocamento do atuador da máquina, entre outros. Um exemplo claro disso foi visto nas Figuras 4.17 e 4.18 em que o tamanho do corpo de prova, tamanho do entalhe e microestrutura podem afetar bastante o processo

de trincamento, mostrando que o tamanho da região de interação da trinca é muito importante.

4.3.2 Métodos para determinação da energia de fratura em materiais de estrutura complexa

Os métodos utilizados na determinação da energia de fratura são o da barra entalhada e flexionada em três ou quatro pontos e o método da cunha.

A Figura 4.22 ilustra o tipo de amostra utilizada no ensaio para determinação da energia de fratura pelo método da barra entalhada. A barra normalmente possui medidas de altura, h , e espessura, b , de 25 mm x 25 mm ou 40 mm x 40 mm, com entalhe, c , em torno de 0,4 vezes a altura (h), restando assim pequena área íntegra de fratura ^(46,48,50,51,55).

Figura 4.22 - (a) Geometria e dimensões da amostra para medida da energia de fratura pelo método da flexão em três pontos, e (b) seção transversal, mostrando a área por onde a trinca se propaga.

Fonte: (46).

A Figura 4.23 mostra a superfície de fratura de uma amostra de concreto refratário que apresenta agregados de grandes dimensões, por exemplo, da ordem de 20 mm em sua estrutura. Logo, para esse tipo de amostra, a área do ligamento íntegra restante pode não ser mais representativa da microestrutura do material, principalmente quando existem agregados com tamanho grande quando comparado às dimensões da amostra ⁽¹⁶⁾.

Figura 4.23 - Fotografia da superfície de fratura de um concreto refratário com agregados de até 22 mm, com um entalhe simulado.

Fonte: (16).

Sendo assim uma caracterização mecânica da fratura mais rigorosa, requer um método que permita propagação estável de trinca para dimensões de amostras suficientemente grandes, principalmente na extensão a qual a trinca se propaga. Amostras com maiores dimensões são compatíveis com a característica grosseira da estrutura dos refratários e permite a formação do estado estacionário⁽⁴⁰⁾.

Devido a essa necessidade e interesse em determinar os parâmetros da mecânica da fratura, em 1986 foi patenteado o método “*Wedge splitting test*”, ou simplesmente “Método da cunha”, que é o método da abertura da trinca empregando-se uma cunha^(44,45,56).

A geometria e as medidas do corpo de prova para esse teste podem ser vistos na Figura 4.24, em que a força F_M é transmitida do atuador da máquina de ensaios para a cunha. A cunha transmite essa carga para os dois roletes laterais e estes para os encostos, que produzem as forças horizontais, F_H , na amostra sob teste, abrindo a boca da trinca^(16,24,41,44,45,57,58).

As principais vantagens do método da cunha são baseadas na possibilidade de se trabalhar com amostras grandes, para as quais o tamanho do agregado torna-se suficientemente pequeno para resultar em uma relação (agregado/dimensões transversais) pequena. Além disso, a força aplicada pela máquina de ensaio é bastante reduzida devido ao efeito da cunha, diminuindo significativamente a energia elástica armazenada na máquina, facilitando a propagação estável da trinca durante o teste. A relação entre a força aplicada

pela máquina de ensaios, F_M , e a transmitida para a amostra, F_H , mostrando a influência do ângulo (α) da cunha, pode ser avaliada observando-se a seguinte equação ^(44,45,49):

$$F_H = \frac{F_M}{2 \operatorname{tg}\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad (4.38)$$

Figura 4.24 - (a) Disposição dos suportes, dos roletes e da cunha na amostra a ser ensaiada; (b) seção transversal da amostra mostrando o entalhe e os sulcos laterais; e (c) geometria com as dimensões da amostra. Todas as dimensões apresentadas estão em milímetros.

Fonte: (44,45).

Em muitos trabalhos, os autores apresentam a energia de fratura na forma da seguinte equação ^(24,44,45,59):

$$G_F = \frac{1}{A} \int F_H d\delta \quad (4.39)$$

em que A é a área fraturada projetada da amostra; F_H é a força horizontal resultante da ação da cunha nos roletes e, conseqüentemente na amostra, para promover a abertura da trinca; e $d\delta$ é a variação da abertura do extensômetro. F_H está relacionada à F_M por meio da Eq. 4.38.

No método da cunha podem ser utilizadas duas formas para avaliar a abertura ou o crescimento da trinca. A primeira consiste em adotar o deslocamento do atuador da máquina de ensaios e a força vertical, utilizando a Eq.4.37 para o cálculo da energia de fratura. A segunda consiste em utilizar a

força horizontal produzida pela ação da cunha e o deslocamento horizontal medido pela ação de um extensômetro. Nesse caso a Eq. 4.39 é utilizada para esse cálculo da energia de fratura, G_F que pode ser chamada de energia de fratura específica. A força horizontal é calculada pela equação 4.38 ^(27,60,61).

Em qualquer um dos métodos de determinação da energia de fratura é muito importante que se verifique a rigidez da máquina (que pode ser alta) de ensaios e que se desconte a energia de deformação da máquina, utilizando a equação seguinte:

$$\gamma_{wof} = \frac{U - U_0}{2A} \quad (4.40)$$

em que, U é o trabalho total de deformação do sistema amostra/máquina e U_0 é o trabalho de deformação da máquina ⁽⁴⁰⁾.

Até pouco tempo não se utilizava o método da cunha no Brasil, mas em 2006 teve início a implantação desse método no GEMM/DEMa/UFSCar e no DEMAR/EEL/USP ^(9,16,54,57,62-77), e conforme pode ser observado pelas publicações citadas nas referências, pode ser considerado um método bastante eficaz.

Além da energia de fratura ser uma grandeza muito importante para avaliar materiais de comportamento elástico não linear, ela também é uma das variáveis mais importantes para o cálculo dos parâmetros de Hasselman, utilizados na determinação do dano por choque térmico ⁽⁷⁸⁾.

Para prever a resistência ao dano por choque térmico, Hasselman escreveu importantes equações onde foram propostos os parâmetros de Hasselman, que leva em consideração outras propriedades da amostra analisada. Esses parâmetros servem para estudos comparativos dos materiais e são calculados pelas equações seguintes ^(47,48,49,78-81).

$$R''' = \frac{GE}{S_t^2(1-\nu)} \quad (4.41)$$

$$R_{st} = \left[\frac{G}{E\alpha^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.42)$$

em que R'''' é o parâmetro de resistência ao dano por choque térmico (m), R_{st} o parâmetro de estabilidade da trinca sob tensão térmica ($m^{1/2} \cdot ^\circ C$), G a energia de

fratura (J.m^{-2}), E é o módulo de elasticidade (GPa), S_t a tensão de fratura (MPa), α é o coeficiente de expansão térmica linear ($^{\circ}\text{C}^{-1}$) e ν o coeficiente de Poisson. G é o próprio γ_{WOF} .

Dessa maneira pode-se ver a grande importância da energia de fratura para prever a resistência ao dano por choque térmico de refratários que, como visto na revisão, são materiais importantíssimos devido sua vasta gama de aplicações e que trabalham sob ciclagem térmica.

Um estudo interessante para verificar a influencia da distância do centro dos roletes à ponta do entalhe, foi realizado utilizando argamassa 1:2 ⁽⁷⁰⁾. Para tal estudo, foram produzidos corpos de prova com rebaixo maior que os corpos de prova convencionais, conforme pode ser visto na Figura 4.25, que ilustra o desenho e um corpo de prova usado.

Figura 4.25 - Corpo de prova adaptado: (a) desenho esquemático e (b) corpo de prova moldado.

Fonte: (70).

Para este estudo foram utilizadas três diferentes posições dos roletes. Inicialmente os roletes foram posicionados com B igual a 39 mm, posteriormente com B igual a 31,5 mm e, por último, B igual a 24 mm. As distâncias, máxima e mínima, foram determinadas de acordo com o tamanho do corpo de prova e a distância intermediária foi definida como a média entre elas.

As condições operacionais adotadas na máquina de ensaios foram de controle de velocidade do atuador de 0,03 mm/min.

Pode-se visualizar, na Figura 4.26, as curvas carga-deslocamento médias para os corpos de prova ensaiados com as três diferentes posições dos roletes.

Figura 4.26 - Curvas carga-deslocamento dos corpos de prova de argamassa ensaiada em três diferentes posições dos roletes.

Fonte: (70).

Observou-se a propagação estável da trinca para todas as amostras. A partir das curvas obtidas nos testes, foi determinado o valor médio da carga máxima atingida durante os testes de propagação da trinca, $F_{m\acute{a}x}$, e posteriormente foram calculadas as energias de fratura, γ_{wof} , que podem ser observadas na Figura 4.27.

Figura 4.27 – Carga máxima (a) e energia de fratura (b) em função da distância do centro dos roletes à ponta do entalhe.

Fonte: (70).

Pode-se afirmar que a energia de fratura independe do posicionamento dos roletes, o que é um resultado importante, pois, significa que não é necessário se estabelecer, com rigor, uma posição para os roletes e que este posicionamento pode ser definido de acordo com a limitação de cada equipamento. Porém pode se observar que o erro experimental reduz à medida que a distância B aumenta o que, pode ser devido à diminuição da carga máxima, o que aumenta a estabilidade do sistema ⁽⁷⁰⁾.

Analisando os resultados, observou-se que quanto maior é a distância entre o centro dos roletes e a ponta do entalhe (ponto de aplicação da força), menor é a carga máxima necessária para iniciar o trincamento. Por outro lado, não houve uma tendência ou variação significativa da energia de fratura, o que era esperado, visto que a energia de fratura deve ser uma propriedade do material.

Nesse mesmo trabalho ⁽⁷⁰⁾, foi realizado um estudo comparativo da energia de fratura de um concreto refratário com diferentes tamanhos de agregado, ensaiado por dois métodos distintos: barra entalhada e flexionada e método da cunha. O concreto refratário utilizado foi um auto-escoante (Supercastibar FL50 BF) da Indústria Brasileira de Artigos Refratários – IBAR. Esses resultados podem ser vistos na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Resultados de energia de fratura (J.m^{-2}) de concreto refratário obtidos pelos métodos da barra entalhada-flexionada e da cunha ⁽⁷⁰⁾.

Método aplicado	Tamanho máximo de agregados (mm)			
	3,35	4,75	6,35	8,0
Barra entalhada	54,52	54,39	53,73	59,38
Cunha	64,68	66,27	77,77	79,20

Foi verificado que os resultados de energia de fratura obtidos pelo método da barra entalhada foram menores que os obtidos pelo método da cunha. Isso pode ser devido a pequena representatividade da área analisada do material pelo método da barra entalhada, ou seja, pequena área íntegra ⁽⁷⁰⁾.

Nota-se também que a energia de fratura aumentou com o aumento do tamanho do agregado e que houve variação no tamanho da zona de processo de trinca, que é dependente da estrutura do material. Quando as dimensões de uma amostra não são tais que possa haver o total desenvolvimento da zona de processo de trinca os resultados obtidos não são valores absolutos e, por isso, não podem ser comparados com resultados obtidos com amostras com dimensões diferentes ⁽⁷⁰⁾.

4.4 Emissão acústica

Conforme foi visto na seção 4.3 sobre a energia de fratura, pode-se dizer que devido ao fato de ela ser uma grandeza muito importante para avaliar materiais de comportamento não linear, o ideal seria dimensionar a taxa de crescimento dessa trinca durante o ensaio de propagação da mesma. Nesse sentido a utilização da técnica de emissão acústica (EA) para acompanhar o comportamento da propagação estável da trinca, quando um corpo de prova é submetido a um carregamento externo, torna-se uma boa ferramenta para estimar as dimensões da zona de processo. Essa técnica já é bem utilizada para avaliar materiais de comportamento quase-frágeis, principalmente concretos civis e na área de engenharia geotécnica ⁽⁸²⁻⁸⁴⁾.

Em contraste com outros ensaios e métodos não-destrutivos, a técnica de EA é normalmente aplicada durante todo o período de carregamento e usada para detectar uma falha em um estágio muito precoce. Além disso, essa técnica detecta as ondas elásticas irradiadas pela propagação das trincas que ocorrem não só na superfície, mas também na seção interna da estrutura. Ao contrário dos testes de ultra-som convencionais, ferramentas de EA são projetadas para monitoramento de emissões acústicas produzidas dentro do material durante a falha ou o carregamento, em vez de transmitir ativamente ondas e em seguida recolhê-las depois de terem percorrido pelo material. Sendo assim, as microtrincas em argamassas, os agregados e a interface argamassa-agregado, são as principais fontes geradoras de sinais observados por essa técnica ^(83,85).

Em geral, as microtrincas numa estrutura de concreto não são visíveis a olho nu, e só podem ser identificadas com o uso de microscópios, já as macrotrincas são vistas facilmente sem nenhum auxílio. Com o monitoramento por EA na fratura de materiais quase frágeis, o que se observa são medidas de um número de eventos com amplitudes diferentes devido à formação e crescimento de microtrincas ⁽⁸⁵⁾.

A técnica de monitoramento por EA é semelhante à empregada no controle de terremotos, onde as ondas sísmicas alcançam as estações de monitoramento situadas na superfície da Terra. Embora sejam dois fenômenos de classes diferentes, um da ordem de estrutura de materiais e um de geológica, e apresentarem escalas muito diferentes, em ambos os casos há uma liberação de energia elástica a partir do interior ⁽⁸³⁾.

Quando um material é tensionado, ondas de tensão são produzidas devido à redistribuição de tensões internas, causada pelas mudanças na estrutura interna de um material sob carga, e são capturadas pelo sistema de emissão acústica. Na verdade, a emissão acústica é uma classe de fenômenos em que as ondas elásticas transientes são geradas por uma liberação rápida de energia a partir de fontes localizadas dentro de um material ⁽⁸⁵⁾.

Quando um fenômeno crítico é iminente, como por exemplo quando um material está prestes a falhar, deve-se levar em consideração, além do defeito macroscópico, os defeitos em escalas menores, que interagem para produzir o fenômeno macroscópico. A EA permite encontrar a dimensão desses defeitos por meio da energia liberada pelo mesmo. Ao utilizar essas teorias, pode-se ter uma melhor compreensão da relação entre eventos microestruturais e o comportamento macroscópico, a fim de poder formular modelos tanto em escala de laboratório quanto em grandes estruturas, com bom desempenho e confiabilidade ⁽⁸⁶⁾.

Para os materiais heterogêneos e quase frágeis, como é o caso dos concretos de construção civil, as trincas são tortuosas e essa tortuosidade é uma propriedade inerente à coesividade da trinca. Essa coesividade de trinca pode ser devido ao processo de desvio e deslizamento entre as duas superfícies geradas com o trincamento que ocorre por causa do forte interligamento de agregados grossos ⁽⁸⁵⁾.

A emissão acústica ocorre na forma de ondas elásticas que são convertidas naturalmente em senoidais conforme observa-se na Figura 4.28. O processo de fratura em concretos pode ser estudado pela análise de distribuição de amplitude⁽⁸⁵⁾. Nessa figura, vê-se que existe um limiar de detecção, ao qual somente os sinais acima deste são detectados (contagem), isso depende das condições tanto de material como de ruídos, é como um filtro de sinais. Para cada pico detectado é registrado o tempo de subida, a amplitude e a duração do sinal.

Figura 4.28 – Parâmetros típicos dos sinais de EA (adaptado)

Fonte: (85).

Os sistemas de EA, normalmente, contém um sensor, um pré-amplificador, um filtro e um amplificador, juntamente com um medidor, um *display*, e equipamentos de armazenamento. Um sistema de detecção típico de EA pode ser observado na Figura 4.29. Sensores adequados são colocados sobre a superfície a qual se quer verificar, a fim de registrar as ondas transientes (hits) gerados pelos incidentes de propagação da trinca. Subsequentemente, a caracterização e a quantificação do nível de dano pode ser realizada utilizando sistemas adequados de EA⁽⁸³⁾.

Figura 4.29 - Diagrama típico de um sistema de detecção de EA (adaptado)

Fonte: (83).

A fim de que se fosse criado um tipo de sinal padrão para observação da resposta de calibração do equipamento de EA, foi criado o método “quebra de grafite” (NBR15194) que utiliza o sinal gerado pela quebra de um grafite 2H com 0,3 mm de diâmetro e de 2 a 3 mm de comprimento. Esse método permite a comparação de sinais de EA capturados em todos os testes, mantendo então os mesmos ajustes de instrumentação. A calibração da instrumentação é feita pela leitura de amplitudes das ondas ultra-sônicas obtidas com a quebra do grafite, que podem variar em de 4 a 6 dB de um sensor para outro, dependendo do procedimento do teste ⁽⁸⁶⁾.

Os sinais de EA podem ser classificados em dois tipos: de explosão e os sinais contínuos. Na Fig. 4.30(a), vê-se um sinal de explosão, que é a forma de onda de impulso com valor de pico relativamente elevado e razão de atenuação muito rápida. A curva pode ser isolada na análise no domínio do tempo. O sinal de ruptura é tão elevado que não pode ser destacado. Na Fig. 4.30(b) observa-se um tipo de sinal contínuo, que mostra continuamente uma maior frequência e um intervalo de menor variação em relação a um sinal de explosão. Durante o processo de liberação de energia, os dois tipos de sinais ocorrem em diferentes fases. Geralmente, o sinal EA formado a partir da combinação da explosão e sinais contínuos é chamado um sinal de tipo misto. Explosão e sinais contínuos normalmente incluem os parâmetros de impacto, evento, contagem de energia, alcance e tempo de subida ⁽⁸³⁾.

Figura 4.30 - Gráficos de Amplitude (dB) por Tempo (s) registrando os sinais típicos de explosão (a) e sinais contínuos (b) de sistema de detecção de EA.

Fonte: (83).

Por meio de análises no número de eventos capturados pela EA, em resposta à tensão aplicada, pode-se observar o efeito de alguma variável de composição no material estudado ⁽⁸⁴⁾.

Os cinco parâmetros mais usados para descrever os sinais de explosão na EA são contagem, amplitude, duração, tempo de subida e contagem de energia, como pode ser visto na Figura 4.31, em que ⁽⁸⁷⁻⁸⁹⁾:

- Contagem: ou “count”, é o número de vezes que o sinal de EA excede o limiar mínimo dentro de um “hit”, em que hit é o sinal que excede o limiar e faz com que o canal de aquisição acumule os dados. Para tal figura temos 1 hit com 6 counts.
- Amplitude: é a voltagem mais alta atingida por uma forma de onda de EA, expressa em decibéis ou em escala linear.
- Duração: é tempo do primeiro ao último “hit”.
- Tempo de subida: é o tempo do primeiro “hit” ao pico do sinal.
- Contagem de energia: é a área medida sob o envelope de sinal retificado.
- Forma da onda, que é uma das características mais importantes do sinal.

A amplitude representa o maior pico de voltagem atingido pela onda, sendo um importante parâmetro, pois é a partir dela que se determina diretamente a detecção do evento de EA. As amplitudes dos sinais são diretamente relacionadas à magnitude da fonte do evento, e variam numa grande faixa, de microvolts a volts. De todos os parâmetros, a amplitude é o mais adequado para

obter informações estatísticas da forma de distribuição de funções. As amplitudes de EA são normalmente expressas em decibéis (dB), onde: 1 (μ m) μ V é definido como 0 (zero) dB, 10 μ V são 20 dB, 100 μ V são 40 dB e assim por diante ^(90,91).

Figura 4.31 - Parâmetros de sinais, do tipo explosão, de EA.

Fonte: (88).

Um trabalho muito interessante, porém na área de engenharia civil, e não de refratários, é o estudo da influência do microtrincamento no comportamento mecânico de materiais cimentícios, proposto por Landis e Sha⁽⁹²⁾. Eles mostraram, experimentalmente, que existe uma relação entre as características da microtrinca, estabelecidas por meio das análises de emissão acústica, e da tenacidade à fratura total do material. Foram usados dois diferentes tipos de transdutores em dois tamanhos diferentes de amostras, sendo que os resultados obtidos não foram afetados em função dessas variáveis.

A Tabela 4.2 mostra os materiais utilizados, bem como o tamanho máximo de agregado, a razão água/cimento e o tamanho da amostra.

Tabela 4.2 – Composição das amostras testadas ⁽⁹²⁾.

Material	Tamanho máximo de agregado (mm)	Razão água/cimento	Tamanho da amostra
Argamassa grossa	5	0,45	grande
Argamassa fina	1	0,45	grande
Pasta de cimento normal	-	0,45	grande e pequena
Pasta de cimento DSP	-	0,20*	pequena

* água: razão sólida, 18% de sílica ativa adicionada

Na Figura 4.32, pode-se observar pela técnica de EA, a contagem acumulada de eventos plotada em função da carga para os quatro tipos de amostras, cuja composição foi citada na Tabela 4.1, pode ser observada. As amostras grandes apresentavam medidas de 440 mm x 100 mm x 100 mm, sem entalhe, e as pequenas com 229 mm x 75 mm x 25 mm, com entalhe de 13 mm. Os ensaios foram realizados numa máquina servo hidráulica, em flexão em 3 pontos, sendo a taxa de carregamento de 5×10^{-5} mm/s para as amostras grandes, e de $3,5 \times 10^{-5}$ mm/s para as amostras pequenas.

Na Figura 4.32 ((b) e (d)), nota-se uma característica interessante nos sinais de EA nas propriedades dos materiais cimentícios. Essa característica observada é que a taxa de atividade de EA parece aumentar, exatamente antes da carga máxima. Para argamassa fina (b), isso ocorre em torno de 75% da carga máxima. Para a do tipo DSP, esse aumento ocorre em 86%. Nota-se uma região não-linear pré pico máximo em ambos materiais. Quando se usa amostras pequenas de pasta de cimento, a porção de pré-pico é linear e o salto de eventos ocorre na carga máxima.

Li e Shah⁽⁹³⁾ atribuem esse salto de eventos de EA ao fenômeno de coalescimento de microtrincas e formação da trinca principal na amostra. Para Ohtsu⁽⁹⁴⁾, esse salto é devido à formação da zona de processo de fratura. Ele também sugere que a mecânica da fratura linear elástica (LEFM) pode ser aplicada para concretos.

As curvas (a) e (b) da Figura 4.32 foram divididas em 4 regiões, sendo:

A: região linear pré-pico;

B: região não linear pré-pico até o pico;

C: região do pico até D (muda comportamento da curva);

D: região terminal pós-pico

Figura 4.32 – Carga x Contagem acumulada de eventos: (a) argamassa grossa; (b) argamassa fina; (c) pasta normal de cimento; (d) pasta de cimento DSP (partículas pequenas).

Fonte: (92).

Para a argamassa grossa, que apresenta comportamento diferente para o salto na taxa de eventos, pode-se atribuir tal comportamento à microestrutura do material, uma vez que a presença de agregados afeta a rugosidade da superfície de fratura da matriz de cimento, já que os efeitos de contorno de agregado e formação de pontes de agregado podem ser responsáveis pelo aumento no cisalhamento do microtrincamento. A Figura 4.33 indica os 4 estágios de comportamento da curva carga-tempo em função da posição dos eventos de EA em amostras de argamassa grossa e argamassa fina, respectivamente.

Figura 4.33 - Posições da origem dos eventos capturados pelos sinais de EA em argamassa grossa e fina.

Fonte: (92).

Para a argamassa grossa, no estágio A (a) tem-se uma distribuição uniforme de eventos de EA. No estágio B (b) os eventos estão localizados numa faixa estreita à esquerda da amostra, que corresponde ao ponto de mudança significativa de inclinação na curva carga-tempo. Nos dois estágios seguintes, C(c) e D(d), correspondem respectivamente, à região inicial pós-pico de carga

máxima e à região de crescimento de trinca no estado estacionário. O que distingue bem esses dois últimos estágios é a contagem de eventos e não a posição, uma vez que, como pôde ser observado na Figura 4.32 (a), é no estágio D que houve o salto drástico na contagem de eventos de EA, mais ou menos quando a carga máxima decaiu 22%.

Para a argamassa fina, no estágio A (a), como para a argamassa grossa, os eventos são distribuídos uniformemente pela zona de tensão da amostra. No estágio B (b) o salto de número de eventos é diferente da argamassa grossa, esse salto ocorreu em torno de 75% da carga máxima, ou seja, antes do pico máximo. Nos estágios C (c) e D (d), depois do pico máximo, os eventos são confinados numa faixa estreita, que corresponde ao ponto de localização da trinca visível⁽⁹²⁾, isso confirma o que foi proposto por Li e Shan⁽⁹³⁾.

A justificativa para os resultados de contagem de eventos de EA serem mais intensos para a argamassa grossa, pode se dar na diferença microestrutural, já que, devido à presença de agregados graúdos na argamassa grossa, pode interferir no caminho da trinca, uma vez que há maior gasto de energia devido ao atrito das faces⁽⁹²⁾.

Sendo assim, fica claro que a emissão acústica é uma técnica que pode ser aplicada ao estudo de propagação de trincas em materiais de estrutura não homogênea, como é o caso desse estudo com tijolos e concretos refratários.

5. MATERIAIS E MÉTODOS

Inicialmente, o material utilizado para realização deste trabalho de doutorado, foi de uma categoria de tijolo refratário aluminoso comercial. A justificativa para a escolha de tijolos de alumina é que eles são mais “homogêneos” quando comparados aos concretos refratários, e com isso esperava-se observar toda a evolução da trinca com mais facilidade e qualidade, pois a partir de um concreto refratário, com microestrutura muito mais complexa e menos “homogênea”, as variáveis seriam muitas, o que atrapalharia o desenvolvimento inicial desse trabalho. Nessa etapa do trabalho, o Prof. Dr. Richardt C. Bradt, da Universidade do Alabama teve significativa contribuição e influência na escolha desse material.

Com o decorrer do trabalho, devido à dificuldade de preparação dos corpos de prova, a partir dos tijolos, que tinham que ser cortados e retificados, e a falta de pessoal especializado na preparação dos mesmos, viu-se a necessidade de se estudar outro material de composição similar, como um concreto refratário, porém com a facilidade de se obter corpos de prova por moldagem.

Para melhor entendimento dessas mudanças de material e metodologia, esse capítulo foi dividido em três partes:

- A primeira parte, (Seção 5.1), apresenta o estudo realizado com o tijolo refratário aluminoso, que apesar da dificuldade enfrentada nessa etapa, foi de grande aprendizagem na busca de alternativas de observação do caminho da trinca.

- A segunda parte (Seção 5.2), apresenta o estudo realizado com o concreto refratário aluminoso autoescoante, sendo que nessa etapa, a investigação do caminho da trinca foi feita *in loco* ao ensaio, utilizando microscópio digital. Na finalização do trabalho, foi utilizada a técnica de emissão acústica (EA) a fim de correlacionar os dados de energia de EA com as imagens de propagação da trinca obtidas com o microscópio digital, sendo que ambos dados foram capturados durante o teste de propagação estável de trinca pelo método da cunha.

- A terceira e última parte (Seção 5.3) apresenta uma caracterização complementar do tijolo e do concreto utilizado, a partir de análises dos módulos

de elasticidade e ruptura, da porosidade aparente, da absorção de água, da massa específica aparente e também da análise microestrutural.

5.1 Tijolo refratário

Foi escolhido um tipo de tijolo refratário comercial, aluminoso (Alumibar 95 ES), conformado por prensagem e queimado a 1600°C, fornecido pela Indústria Brasileira de Artigos Refratários (IBAR), cuja composição química é mostrada na Tabela 5.1. A matéria-prima usada para produção dos tijolos foi alumina eletrofundida branca com tamanho máximo de agregado de 5 mm. Esses tijolos são aplicados em fornos de alta temperatura, incineradores, fornos de coque e câmaras de combustão.

Tabela 5.1: Composição química do tijolo refratário obtida por fluorescência de raios X, cedida pela IBAR.

Composto	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O + K ₂ O	SiO ₂
% Nominal	95,0	0,1	0,2	2,5

Os resultados de análise granulométrica, via úmida, da matéria prima utilizada para prensagem dos tijolos, indicando a porcentagem retida, pode ser observada na Tabela 5.2; essa análise foi cedida pela IBAR.

Tabela 5.2 - Resultado da análise granulométrica via úmida por peneiração, (% retida), cedida pela IBAR.

Abertura (mm)	Alumibar 95 ES (% retida)
+ 5,60	3,2
+ 1,70	19,9
+ 0,60	29,8
+ 0,212	15,2
-0,212	31,9
Total	100

A Figura 5.1 exibe a curva da distribuição granulométrica da matéria-prima do tijolo, indicando a porcentagem acumulada passante.

Figura 5.1 - Curva de distribuição granulométrica da matéria-prima para produção do tijolo refratário.

Fonte: própria.

5.1.1 Fluxograma geral do procedimento experimental

Para visualização simplificada das etapas gerais do procedimento experimental com o tijolo, foi elaborado o fluxograma da Figura 5.2.

5.1.2 Preparo dos corpos de prova

A Figura 5.3 exibe o tijolo refratário estudado como recebido (a), e depois o corpo de prova preparado nas medidas de 100 mm x 100 mm x 76 mm (b) e (c), sendo o rebaixo produzido com rebolo diamantado, enquanto o entalhe e a ranhura foram produzidos com disco de corte diamantado, nos padrões para o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha.

Figura 5.2 - Fluxograma simplificado do procedimento experimental, sendo: γ_{wof} a energia total de fratura ($J.m^{-2}$); MEV corresponde às análises de imagens via microscópio eletrônico de varredura.

Fonte: própria.

5.1.3 Ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha

A Figura 5.4 exibe o corpo de prova, ranhurado e entalhado com dispositivo da cunha montado antes de iniciar o ensaio (a), e, durante a execução dos testes (b) em Máquina de Ensaio Universal MTS, servo-hidráulica modelo 810M, com taxa de carregamento 0,03 mm/min. O ressalto mostrado serve para que não haja ação de forças contrárias na base do corpo de prova. Em (a) vê-se uma lâmina de aço presa por um elástico, a fim de que sustente os roletes na posição pré-estabelecida, isso se dá nas duas faces do corpo de prova. Após uma pré-carga de 20 N, com muita cautela, o elástico é cortado, a lâmina é retirada e o dispositivo fica ajustado ao corpo de prova, e o ensaio pode ser iniciado.

Figura 5.3 - (a) Tijolo como recebido; (b) e (c): Corpo de prova retificado, entalhado e ranhurado a partir do tijolo.

Fonte: própria.

Figura 5.4 - Corpo de prova, ranhurado e entalhado com dispositivo da cunha montado, antes do teste (a), e, durante a execução dos testes (b).

Fonte: própria.

Para determinação da energia de fratura desse material, 5 corpos de prova foram ensaiados até decaimento de 90% da carga máxima, obtendo assim uma curva carga-deslocamento, em que a integração sob a curva forneceu o trabalho de fratura, e com a abertura do corpo de prova, obteve-se a área fraturada. Logo, utilizando a equação 4.37, obteve-se o resultado da energia de fratura para o tijolo refratário.

Com a finalidade de acompanhar o crescimento da trinca com o carregamento da máquina de ensaios, fez-se um estudo de carregamento em que o ensaio foi interrompido, em determinados pontos da curva carga-deslocamento, a fim de medir o comprimento da trinca. Para isso, quando era alcançado o carregamento desejado, o carregamento era interrompido, porém ainda sem o descarregamento, cola instantânea, à base de cianoacrilato, foi aplicada no entalhe a fim de que preenchesse todo o caminho percorrido pela trinca e que resguardasse a superfície de fratura do corpo de prova durante a preparação para microscopia, visto que foi observado que com o descarregamento a trinca tende a fechar um pouco, o que não garantiria uma perfeita infiltração da cola ao longo do caminho da trinca. Esses corpos de prova, Figura 5.5(a), foram cortados na seção longitudinal, Figura 5.5(b). Após cortes, Figura 5.5(c), uma das faces centrais das amostras foi lixada e polida com suspensões de diamante de 15 μm , 9 μm , 6 μm , 3 μm e 1 μm e recobertas com película de ouro para análise em microscópio eletrônico de varredura, MEV (LEO, modelo 1450 VP), para que então fosse possível analisar o caminho da trinca e determinar o seu tamanho.

Figura 5.5 - (a) Corpo de prova utilizado no ensaio de energia de fatura pelo método da cunha; (b) Corte central na seção longitudinal do corpo de prova infiltrado; (c) Vista das fatias das amostras após três cortes longitudinais.

Fonte: própria.

5.2 Concreto refratário

O concreto refratário escolhido foi o Brasilcast 595, da Indústria Brasileira de Artigos Refratários (IBAR). Classificado como um concreto refratário aluminoso, autoescoante, com tamanho máximo de agregado de 8 mm, cuja composição química, analisada por fluorescência de raios X, fornecida pela IBAR, é apresentada na Tabela 5.3. Esse concreto é utilizado em incineradores e câmaras de combustão.

Tabela 5.3: Análise química do concreto refratário.

Composto	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	SiO ₂
% Nominal	95,0	0,3	2,0	3,5

A Tabela 5.4 indica os resultados da análise granulométrica via úmida, indicando a porcentagem retida. Essa análise foi cedida pela IBAR.

Tabela 5.4: Resultado da análise granulométrica via úmida por peneiração (% retida).

Abertura (mm)	Brasilcast 595 (% retida)
+ 6,35	4,1
+ 4,75	9,8
+ 2,36	13,5
+ 0,60	12,7
+ 0,212	10,9
-0,212	49
Total	100

A Figura 5.6 exibe a curva de distribuição granulométrica do concreto refratário, como recebido, indicando a porcentagem acumulada passante.

Figura 5.6 – Curva de distribuição granulométrica do concreto refratário, como recebido.

Fonte: própria.

5.2.1 Fluxograma geral do procedimento experimental

Para visualização simplificada das etapas gerais do procedimento experimental para o concreto, foi elaborado o fluxograma da Figura 5.7.

5.2.2 Preparo dos corpos de prova

5.2.2.1 Moldagem

O refratário utilizado já vem com as matérias-primas sólidas pré-misturadas. Ele foi previamente pesado e colocado em uma argamassadeira planetária de laboratório com capacidade nominal de 5 litros, na qual o mesmo foi homogeneizado a seco por três minutos e a úmido por um minuto a 60 rpm, sendo a quantidade de água pré-estabelecida a 6% m/m, tendo permanecido mais dois minutos a 120 rpm. A mistura foi vertida em um molde de aço inoxidável em mesa vibratória, pois a vibração durante a moldagem melhora as condições

de liberação do ar aprisionado no interior do corpo de prova. O sistema utilizado para a mistura está representado pela Figura 5.8.

Figura 5.7- Fluxograma simplificado do procedimento experimental, sendo: γ_{wof} a energia total de fratura ($J.m^{-2}$); MEV corresponde às análises de imagens via microscópio eletrônico de varredura, MTS, Instron e Shimadzu correspondem às máquinas de ensaios utilizadas.

Fonte: própria.

Figura 5.8 – Argamassadeira planetária: (a) vista geral e (b) detalhe interno da cuba e pá misturadora. Mesa vibratória utilizada para vibrar argamassas e concretos.

Fonte: própria.

A Figura 5.9 exibe, com detalhes, o molde aberto (a) e fechado (b), pronto para receber o concreto. Nesse molde são produzidos corpos de prova com entalhe de perfil em “V” de 60°. As dimensões das amostras após moldagem são de 100 mm x 100 mm x 76 mm. Dessa forma, com esse tipo de molde, obtêm-se corpos de prova entalhados e ranhurados para o teste de propagação estável da trinca pelo método da cunha, conforme pode ser visto na Figura 5.10, com os mesmos detalhes dos corpos de prova do tijolo refratário.

Figura 5.9 - Fotografias do molde de aço inoxidável utilizado na confecção das amostras para o ensaio da cunha nas análises de energia de fratura: (a) aberto; (b) montado.

Fonte: própria.

Figura 5.10 - Fotografias do corpo de prova do concreto refratário: (a) vista frontal do entalhe e da base retificada; (b) vista superior mostrando o rebaixo e a ranhura.

Fonte: própria.

5.2.2.2 Cura

Após moldagem todos os corpos de prova permaneceram, em temperatura ambiente, nos moldes por 24 horas e, após desmoldadas mais 24 horas, totalizando 48 horas de cura em atmosfera ambiente do laboratório.

5.2.2.3 Secagem

Os corpos de prova foram secos por 24 horas a 110°C em estufa de laboratório.

5.2.2.4 Sinterização

Os corpos de prova foram sinterizados, ao ar, a 1000°C por 5 horas, com taxas de aquecimento e resfriamento do forno de 2°C por minuto. Essa temperatura foi pré-estabelecida pela IBAR e utilizada como única temperatura de estudo.

5.2.2.5 Retificação

Após sinterização, os corpos de prova tiveram a superfície livre de moldagem, retificadas, a fim de que as mesmas tivessem um perfeito alinhamento na placa acoplada à máquina de ensaios.

5.2.3 Ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha

5.2.3.1 Determinação da energia de fratura

Cinco corpos de prova, ranhurados e entalhados, como exibido na Figura 5.10, foram submetidos ao ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha em uma máquina de ensaios universal, MTS, servo-hidráulica modelo 810M, com taxa de carregamento 0,03 mm/min. Dessa forma obteve-se a curva carga-deslocamento para determinação do trabalho de fratura, e posteriormente, da energia de fratura desse material, calculada segundo a equação 4.37.

Também foi realizado um estudo com ciclos de carregamento e descarregamento em cargas pré-estabelecidas utilizando um extensômetro, obtendo assim, além das curvas carga x deslocamento, curvas carga x abertura da boca de trinca. A taxa de carregamento para esses ensaios foi de 0,03 N/s, como já determinado em todos os ensaios desse tipo, e a de descarregamento foi de 0,06 N/s. Esse valor da taxa de descarregamento foi escolhido por não ser tão lenta quanto à taxa de carregamento, porém não era tão brusco como quando se descarregava a máquina para iniciar o carregamento seguinte.

A Figura 5.11 apresenta um corpo de prova de concreto refratário durante o ensaio de propagação estável da trinca, pelo método da cunha, com extensômetro para acompanhar a abertura da boca da trinca.

5.2.3.2 Acompanhamento do crescimento de trinca utilizando microscópio digital

Conforme foi citado no início da Seção 5, no decorrer do trabalho experimental com o tijolo refratário, no qual era feita a infiltração de cola instantânea no caminho da trinca propagante, a fim de que a mesma fosse observada posteriormente via microscópio eletrônico de varredura (MEV), viu-se a necessidade de investigação do crescimento da trinca durante os ensaios de propagação estável de trinca. Isso foi resolvido com a utilização de um microscópio digital Dino Capture 2.0/Dino-Lite que foi adquirido nessa etapa do trabalho, quando já não mais teria continuidade a investigação de tal

comportamento nos tijolos, já que a preparação dos corpos de prova necessitava de mão de obra especializada, a qual tornou-se impossível.

Para conseguir observar tal crescimento no corpo de prova, foi necessário que uma das faces do corpo de prova fosse retificada até desaparecimento da ranhura, uma vez que era impossível visualizar com precisão a trinca dentro da mesma.

Figura 5.11 - Corpo de prova de concreto refratário durante o ensaio de propagação estável da trinca, pelo método da cunha, com extensômetro.

Fonte: própria.

A Figura 5.12 exibe o corpo de prova com uma das faces retificada (a), e também uma vista da base, indicando o desbaste de uma face e a ranhura na outra (b). Dessa forma o corpo de prova passou a ter 65 mm de espessura. Como a finalidade, nessa etapa, é a investigação do caminho da trinca durante o teste, essa diminuição na espessura não interfere nos resultados, já que os cálculos de energia de fratura já foram realizados na etapa anterior, e que, mesmo que não fosse, a retificação não alterou a área íntegra do corpo de prova.

Figura 5.12 – (a) Corpo de prova com uma das faces desbastadas até desaparecimento da ranhura. (b) Vista da base do mesmo corpo de prova, indicando o desbaste de uma face e a ranhura na outra.

Fonte: própria.

Nessa etapa do trabalho, ocorreu um imprevisto com a máquina de ensaios do DEMAR, na qual foi realizado todo o estudo anterior, apresentando problemas e ficando fora de operação até a finalização dessa tese. Por essa razão, os testes de propagação estável da trinca pelo método da cunha com acompanhamento de crescimento de trinca por meio do microscópio digital acoplado ao computador via USB, “in loco”, foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos, Shimadzu Autograph AG-X, célula de carga de 5 kN, com taxas de carregamento de 0,03 mm/s, disponibilizada pela Universidade Estadual Júlio Mesquita Filho da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (UNESP-FEG).

O microscópio digital foi acoplado na base de uma lupa estereoscópica, que foi adaptada com o suporte original do microscópio, conforme Figura 5.13, uma vez que o microscópio precisava se movimentar no sentido horizontal e vertical para o perfeito acompanhamento da propagação da trinca.

Figura 5.13 - (a) Sistema de acompanhamento com microscópio digital de um teste de propagação estável de trinca pelo método da cunha. (b) Detalhe do microscópio digital acoplado no suporte telescópico móvel adaptado.

Fonte: própria.

5.2.3.3 Acompanhamento do crescimento de trinca com a técnica de emissão acústica (EA)

A Figura 5.14 apresenta um ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha em um corpo de prova de concreto refratário com análise de fenômenos de emissão acústica, realizado na Divisão de Materiais (AMR) do Departamento de Ciências e Tecnologia da Aeronáutica (DCTA) em São José dos Campos. A máquina de ensaios utilizada foi a INSTRON 3382 com célula de carga de 5 kN.

Figura 5.14 - (a) Corpo de prova utilizado no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha com os sensores de EA fixados na amostra; (b) Sistema de captura e transformação de sinais de EA.

Fonte: própria.

Os sensores de EA, interligados ao computador de captura de sinais, foram fixados com graxa de vácuo e fita adesiva nas duas laterais da amostra. Foi realizado o procedimento de calibração da precisão das localizações dos sensores de EA por meio do evento artificial da quebra da ponta de um grafite (2H) de uma lapiseira, conforme descrito na revisão ⁽⁸⁶⁾, uma vez que esse teste serve para uma perfeita montagem e acoplamento dos sensores, garantindo ausência de problemas nas respostas dos canais.

Com o ensaio, os parâmetros mais relevantes adquiridos a partir dos sinais (tempo de chegada, amplitude, duração e número de oscilações) são armazenados na memória e em seguida, transferidos para um multi-canal do computador para o processamento dos dados. Para amostras com essa geometria e tamanho, viu-se que dois sensores do tipo banda larga foram suficientes.

Dessa maneira com os dados obtidos foram elaboradas curvas carga-tempo e carga-dados de EA, que foram associados entre si, uma vez que foi dado o “start” nos dois sistemas, tanto no de carregamento do corpo de prova quanto no de aquisição de dados de EA, ao mesmo tempo, sendo o tempo a variável comum e idêntica aos dois sistemas.

5.2.4 Caracterização complementar dos materiais

Para completar a caracterização do tijolo e do concreto refratário utilizados nesse estudo, foram feitas medidas de:

- Módulo de elasticidade por ressonância mecânica de barras.
- Módulo de ruptura por flexão em 3 pontos.
- Porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e massa específica aparente (MEA).
- Análise microestrutural via microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Para medidas de módulo de elasticidade e de ruptura, foram moldadas barras prismáticas de concreto com dimensões de 150 mm x 25 mm x 25 mm. O procedimento de moldagem desses corpos de prova foi o mesmo para os corpos de prova para o teste da cunha (5.2.2.1), sendo o molde, a única alteração. A Figura 5.15 mostra: (a) o molde em aço inox utilizado para moldagem das barras prismáticas; (b) uma barra após cura, secagem, sinterização e retificação, utilizada na medida de módulo de elasticidade, seguido do ensaio de flexão.

Para os corpos de prova do tijolo, foram cortadas barras prismáticas nas mesmas dimensões da moldada (150 mm x 25 mm x 25 mm).

Figura 5.15 - Fotografias: (a) Molde para confecção das barras prismáticas para medidas de módulo de elasticidade e de ruptura; (b) Corpo de prova na forma de barra prismática.

Fonte: própria.

5.2.4.1 Módulo de elasticidade

Para medidas de módulo de elasticidade foi utilizado um equipamento automático baseado no método da ressonância de barras. Essa técnica consiste na aplicação de vibração mecânica na amostra através de um transdutor piezelétrico. A vibração é detectada pelo outro transdutor e transformada em sinal elétrico, transmitida para o programa computacional que registra os picos de ressonância, e de modo iterativo calcula o módulo elástico e de cisalhamento, assim como o coeficiente de Poisson. O sistema utilizado foi da ATPC, modelo ME-C1198-91, obedecendo à norma ASTM C1198-91 e a faixa de frequência adotada na varredura foi de 1 a 32 kHz.

A Figura 5.16 mostra o equipamento de ressonância de barras utilizado para obtenção das medidas do módulo de elasticidade.

5.2.4.2 Resistência em flexão em 3 pontos

Após realização das medidas de módulo de elasticidade, as barras prismáticas foram submetidas ao ensaio de flexão em três pontos, segundo a norma C133-94 da ASTM.

O ensaio foi realizado em uma Máquina de Ensaio Universal, MTS, modelo 810M, com célula de carga de 5 kN, com taxa de carregamento de 12,9 N/s. O diâmetro dos roletes foi de 5 mm, e a distância entre eles de 125 mm.

Figura 5.16 - Fotografias do equipamento utilizado para medida do módulo de elasticidade.

Fonte: própria.

5.2.4.3 Absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente

As análises de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente foram realizadas segundo a NBR 6220 (Dez/2011) para material refratário.

Amostras para esse teste foram preparadas a partir das barras prismáticas. As equações seguintes permitem determinar os resultados de volume aparente, absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente:

$$VA = \frac{M_u - M_i}{M_{e\acute{a}gua}} \quad (\text{cm}^3) \quad (5.1)$$

$$MEA = \frac{M_s}{V_A} \quad (\text{g/cm}^3) \quad (5.2)$$

$$AA = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (\%) \quad (5.3)$$

$$PA = \frac{M_u - M_s}{V_A \times M_{e\acute{a}gua}} \times 100 \quad (\%) \quad (5.4)$$

em que VA é o volume aparente; MEA a massa específica aparente; AA é a absorção de água; PA a porosidade aparente; Mu a massa úmida; Ms a massa seca; Me_{água} a massa específica da água, e Mi a massa imersa.

5.2.4.4 Análise microestrutural

Foi retirada uma amostra, a partir das barras prismáticas, para análise microestrutural do tijolo e do concreto refratário em estudo.

As amostras foram lixadas e polidas com suspensão de diamante de 15µm, 9µm, 6µm, 3µm e 1µm e recobertas com filme fino de ouro para análise em microscópio eletrônico de varredura, MEV (LEO, modelo 1450 VP), no modo elétrons secundários.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para melhor organização e entendimento na discussão dos resultados, os mesmos foram divididos em três seções distintas, sendo elas:

- **Seção 6.1** – Caracterização dos refratários sinterizados utilizados.
- **Seção 6.2** – Resultados obtidos, por meio do ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com o tijolo refratário.
- **Seção 6.3** – Utilização de um microscópio digital e aplicação da técnica de emissão acústica para avaliação da propagação estável da trinca pelo método da cunha no concreto refratário.

6.1 Caracterização dos refratários sinterizados utilizados

6.1.1 Módulo de elasticidade e módulo de ruptura

A seguir serão mostrados os resultados das medidas de módulo de elasticidade, E , medidos por ressonância mecânica de barras e do módulo de ruptura, MOR, obtidos por ensaios de flexão em três pontos. A Tabela 6.1 exibe esses resultados, com seus respectivos desvios. Foram utilizados 5 corpos de prova de cada material estudado.

Tabela 6.1- Medidas de módulo de elasticidade e módulo de ruptura do tijolo e concreto refratário

Material refratário	E (GPa)	MOR (MPa)
Tijolo	$95,3 \pm 3,4$	$24,6 \pm 0,5$
Concreto	$117,0 \pm 2,0$	$33,0 \pm 2,9$

6.1.2 Absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente

A Tabela 6.2 exibe os resultados de absorção de água (%), porosidade aparente (%) e massa específica aparente (g/cm³) das amostras de tijolo e concreto refratário, obtidos segundo a NBR 6220 (Dez/2011).

Tabela 6.2 - Resultados de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente para o tijolo e concreto refratário.

Material refratário	Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (g/cm³)
Tijolo	4,6 ± 0,3	14,9 ± 0,5	3,2 ± 0,2
Concreto	6,2 ± 0,5	19,4 ± 0,6	3,1 ± 0,3

Vale ressaltar que os dois materiais, tijolo e concreto, utilizados nessa tese, são materiais de composição próxima, porém são obtidos por processos diferentes, o tijolo por prensagem e queima e o concreto por moldagem e queima. Dessa maneira, não cabe fazer uma comparação entre os materiais com relação aos resultados numéricos e as propriedades mecânicas.

6.1.3 Microestrutura

Nas Figuras 6.1 e 6.2, pode-se ver, respectivamente a microestrutura do tijolo e do concreto refratário em estudo, por meio de micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura, MEV, no modo elétrons secundários, da superfície polida das amostras.

A imagem da Figura 6.1 (a) exibe uma vista geral da superfície do tijolo. As imagens (b) e (c) dessa figura, correspondem às ampliações indicadas: (b) região de interface agregado-matriz; (c) matriz. Em (a) vê-se que os agregados estão presos de forma bastante uniforme pela fase matriz. Apesar da ampliação pequena (100X), percebe-se uma perfeita conexão entre os agregados e a matriz,

confirmado pela ampliação em (b). Em (c) verifica-se que a matriz foi severamente sinterizada mostrando inclusive aspecto microestrutural de grãos fortemente interligados com forma bastante irregular.

Figura 6.1 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície polida do tijolo refratário.

Fonte: própria.

Na Figura 6.2, também em (a), percebe-se que os agregados estão ligados pela matriz, mas apresentando uma interface agregado-matriz mais pobre em termos de ligação, mostrando inclusive trincas separando a interface. Com isso, imagina-se que a interface seja menos resistente à propagação de trincas com relação à própria matriz e os agregados.

Apesar do processamento do tijolo e do concreto seguir rotas diferentes, inclusive a temperatura de sinterização, a matriz dos dois materiais são muito parecidas em termos de morfologia, ligação entre grãos, porosidade e distribuição de tamanhos (Figuras 6.1(c) e 6.2(c)).

Em termos de interface agregado-matriz nesses materiais, vê-se que a região de interface é mais coesa no tijolo, além de exibir menor porosidade. Nesse ponto é que se justifica a escolha inicial como material de estudo o tijolo, proposto pelo Dr. Richard Bradt, que supôs uma maior facilidade na observação do caminho da trinca nos tijolos do que nos concretos.

Figura 6.2 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície polida do concreto refratário.

Fonte: própria.

Nas Figuras 6.3 e 6.4, pode-se ver, respectivamente a microestrutura do tijolo e do concreto refratário em estudo, por meio de micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura, MEV, no modo elétrons secundários, em pequena ampliação (100X) da superfície de fratura das amostras, obtidas após o ensaio de flexão em 3 pontos.

Na Figura 6.3, nota-se que os agregados do tijolo são fraturados e não arrancados. Destaca-se com a letra “A”, alguns desses agregados.

Na Figura 6.4, também observa-se que os agregados do concreto fraturam também, destacando-se com a letra “A”, alguns desses agregados, e também a presença de poro gerado na moldagem do concreto.

Figura 6.3 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície de fratura do tijolo refratário.

Fonte: própria.

Figura 6.4 - Micrografia obtida em MEV, no modo elétrons secundários, da superfície de fratura do concreto refratário.

Fonte: própria.

6.2 Resultados obtidos nos ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha: tijolo refratário

Os ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha, no tijolo, foram divididas em duas etapas, a seguir. A primeira para determinação da energia de fratura, e a segunda, para investigação do comportamento da trinca com o carregamento durante os ensaios.

6.2.1 Determinação da energia de fratura total

Corpos de prova foram submetidos ao ensaio de propagação estável de trinca para determinação da energia de fratura pelo método da cunha. Cinco corpos de prova foram ensaiados até que o decaimento da carga fosse de 90% da carga máxima, a fim de se obter um valor médio de energia de fratura para esse material. Com os dados de deslocamento do atuador da máquina de ensaios em função da carga, obtidos no ensaio, foram elaboradas curvas carga x deslocamento, sendo que um pequeno ajuste foi feito no início da curva, quando há acomodação do dispositivo, a fim de que fosse mantida a linearidade da região linear elástica.

A Figura 6.5 exibe uma curva carga-deslocamento típica, obtida nesse ensaio, para um dos corpos de prova do tijolo em estudo. Ela mostra que a propagação foi estável e está de acordo com a desigualdade da equação 4.36.

O trabalho de fratura foi calculado integrando a área abaixo dessas curvas, a partir das quais foi calculada a energia de fratura, γ_{wof} , que é a razão entre o trabalho de fratura e a área geométrica da seção fraturada.

A Figura 6.6 exibe o corpo de prova aberto após o ensaio para medida da área fraturada, a fim de se calcular a energia de fratura pela Equação 4.35. O resultado para o trabalho de fratura foi de 1216 ± 47 N.m, e de energia de fratura foi de 136 ± 5 J/m².

Figura 6.5 - Curva carga-deslocamento de um corpo de prova ensaiado até decaimento de 90% da carga máxima.

Fonte: própria.

Figura 6.6 - Corpo de prova do tijolo refratário, aberto após ensaio para medida da área fraturada.

Fonte: própria.

6.2.2 Avaliação do Comprimento da Trinca

Quatro corpos de prova foram submetidos ao ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha com carregamento específico, isto é, foram escolhidas, aleatoriamente, algumas interrupções no ensaio após a carga máxima

ser atingida. Dessa forma, o ensaio foi interrompido com decaimento de 5%, 55%, 60% e 90% da carga máxima. A Figura 6.7 indica, respectivamente, as curvas carga-deslocamento dos corpos de prova ensaiados até essas interrupções pré-estabelecidas.

Figura 6.7 - Curva carga-deslocamento dos corpos de prova ensaiados até decaimento de 5%, 55%, 60% e 90% da carga máxima.

Fonte: própria.

Após ensaio, cada corpo de prova foi infiltrado com cola instantânea na região de entalhe para preenchimento do caminho da trinca para posterior análise da mesma, conforme metodologia da seção 5.1.3. As Figuras 6.8, 6.9, 6.10 e 6.11, ilustram a seqüência de micrografias para os quatro corpos de prova com carregamentos distintos conforme indicados na Figura 6.7 (a), (b), (c) e (d), respectivamente. Montando essa seqüência foi possível estimar o comprimento da trinca para cada carregamento.

A Figura 6.8 corresponde ao carregamento com decaimento de 5% $C_{m\acute{a}x}$, a Fig. 6.9 com decaimento de 55% $C_{m\acute{a}x}$, a Fig. 6.10 com decaimento de 60% $C_{m\acute{a}x}$ e a Fig. 6.11 com decaimento de 90% $C_{m\acute{a}x}$. Para todas as figuras tem-se (a), (b), (c) e (d), sendo que (a) corresponde à montagem das micrografias obtidas em baixa ampliação, a fim de fosse possível montar a seqüência do caminho da trinca. Para realização das medidas, essa seqüência foi impressa em tamanho suficiente para visualização do caminho da trinca, com acompanhamento das imagens no computador. Mostra-se aqui apenas para se ter uma noção da metodologia adotada, pois nesse tamanho fica difícil visualizar. Em (b) tem-se a ampliação do início da trinca na região de entalhe infiltrado com cola instantânea. Em (c), a trinca localizada na metade do comprimento da trinca no corpo de prova. Em (d), vê-se o final da trinca no corpo de prova, mostrando que ainda há ligação entre os constituintes do corpo de prova, mesmo no final do ensaio com carregamento completo, conforme Figura 6.11(d). Vale ressaltar que para essa montagem, foram capturadas, pelo menos, 50 micrografias.

Comparando as imagens das Figuras 6.8 a 6.11, fica claro que é mais fácil visualizar o caminho da trinca, no corpo de prova com carregamento completo (6.11), isto é, até decaimento de 90% da carga máxima, uma vez que a trinca atravessa a amostra e tem maior deslocamento da abertura da boca de trinca, facilitando sua visualização. Para as medidas instantâneas do comprimento de trinca, isso se torna ainda mais complexo, porém é necessário conviver com essa dificuldade, a fim de que se consiga resultados satisfatórios.

Figura 6.8 - Micrografias após ensaio interrompido: decaimento de 5% $C_{\text{máx}}$.

Fonte: própria.

Figura 6.9 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 55% da $C_{máx}$.

Fonte: própria.

Figura 6.10 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 60% da $C_{máx}$.

Fonte: própria.

Figura 6.11 - Sequencia de micrografias após ensaio de propagação estável de trinca com interrupção de ensaio em decaimento de 90% da $C_{máx}$.

Fonte: própria.

A Tabela 6.3 exibe a avaliação do comprimento da trinca principal de acordo com os carregamentos do ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, conforme as curvas da Figura 6.7. O corpo de prova CDP-01, com interrupção de ensaio após decaimento de apenas 5% da carga máxima (Fig.6.8), a CDP-02 com decaimento de 55% (Fig.6.9), a CDP-03 com decaimento de 60% (Fig.6.10), e a CDP-04 (Fig.6.11), ensaiada até atingir decaimento de 90% da carga máxima. O valor do comprimento da trinca é expresso em termos de porcentagem do valor do comprimento íntegro do corpo de prova (73 mm).

Tabela 6.3 – Avaliação do comprimento geométrico da trinca principal em termos de porcentagem do comprimento do corpo de prova.

Corpo de prova	CDP_01	CDP_02	CDP_03	CDP_04
% Decaimento $C_{m\acute{a}x}$	5	55	60	90
% $L_{\text{trinca-princ.}}$	70	74	90	100

Com decaimento de apenas 5% da carga máxima de ensaio, a trinca já havia percorrido cerca de 70% do comprimento da seção íntegra do corpo de prova, sendo que ao final do ensaio (decaimento de 90% da carga máxima), esse comprimento chegou a 100%. Mesmo a trinca tendo percorrido toda a amostra, a mesma ainda tem grande resistência à separação das duas partes, devido interligação dos agregados na matriz, mecanismos de intertravamento discutidos na revisão bibliográfica, e que poderá ser verificado nas imagens a seguir.

Esses resultados mostram que o tamanho do corpo de prova usado para propagação estável de trinca pelo método da cunha permite o desenvolvimento integral da zona de processo e permite a situação de equilíbrio, indicando a presença do estado estacionário ^(34,70), que será confirmado mais à frente nessa tese.

6.2.2.1 *Influência do comprimento da trinca no trabalho de fratura*

Após estudo do comprimento da trinca para cada carregamento descrito na seção anterior, um novo lote de corpos de prova foi preparado a fim de que fossem repetidos os ensaios com as mesmas interrupções de carregamentos, uma vez que o comprimento da trinca já seria conhecido. Após atingido cada um dos carregamentos específicos, o ensaio foi interrompido e iniciado novamente até atingir decaimento de 90% da carga máxima. Essa análise pode ser vista nas Figuras 6.12, 6.13 e 6.14, mostrando também o trabalho de fratura em cada ciclo de carregamento.

Na Figura 6.12, em (a) vê-se os dois carregamentos. O primeiro carregamento, curva em preto, foi até decaimento de 5% da carga máxima. Após descarregamento, o ensaio foi novamente iniciado, curva em vermelho, avançando até o decaimento de 90% da carga máxima. Em (b) e (c) vê-se separadamente essas curvas com o respectivo trabalho de fratura. A região linear praticamente se sobrepõe, o que não será observado para os carregamentos das Figuras seguintes (6.13 e 6.14), uma vez que o primeiro carregamento causará perda de rigidez no corpo de prova, já que a trinca apresentará, além de elevado valor de comprimento, uma abertura bastante representativa, conforme pôde ser observado nas análises das imagens do tópico anterior.

Na Figura 6.13, em (a) vê-se os dois carregamentos. O primeiro carregamento, curva em preto, foi até decaimento de 55% da carga máxima. Após descarregamento, o ensaio foi novamente iniciado, curva em vermelho, avançando até o decaimento de 90% da carga máxima. Em (b) e (c) vê-se separadamente essas curvas com o respectivo trabalho de fratura.

Na Figura 6.14, em (a) vê-se os dois carregamentos. O primeiro carregamento, curva em preto, foi até decaimento de 60% da carga máxima. Após descarregamento, o ensaio foi novamente iniciado, curva em vermelho, avançando até o decaimento de 90% da carga máxima. Em (b) e (c) vê-se separadamente essas curvas com o respectivo trabalho de fratura.

Figura 6.12 - Curvas carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 5% da carga máxima, descarregada e ensaiada até 90% da nova carga máxima.

Fonte: pr3pria.

Figura 6.13 - Curvas carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 55% da carga máxima, descarregada e ensaiada até decaimento de 90% da nova carga máxima.

Fonte: pr3pria.

Figura 6.14 - Curvas carga-deslocamento do corpo de prova ensaiado até decaimento de 60% da carga máxima, descarregada e ensaiada até decaimento de 90% da nova carga máxima.

Fonte: própria.

Dessa forma, com os carregamentos visualizados nas Figuras 6.12, 6.13 e 6.14, vê-se que se forem somados os trabalhos de fratura dos dois estágios (b e c), será obtido um maior trabalho de fratura do que quando se carrega direto, até decaimento de 90% da carga máxima. Isso pode ser explicado pela necessidade de trabalho adicional referente ao novo início da abertura de trinca para cada ciclo.

6.2.3 Ciclos de carregamento

De posse do conhecimento do comportamento do tijolo refratário em estudo, visto no item 6.2.1, ou seja, tendo conhecimento do valor médio da carga máxima, foram determinados ciclos de carregamentos com interrupções específicas tanto na região linear elástica quanto na não linear. A Figura 6.15 ilustra esses carregamentos realizados no mesmo corpo de prova, sendo eles:

- Na região elástica: 750N (curva em preto) e 1500N (curva em vermelho).
- Após carga máxima: as interrupções de carregamento ocorreram com o decaimento de 5% (verde), 25% (azul), 55% (azul claro), 60% (rosa), 80% (amarelo) e 90% (verde oliva) da carga máxima de cada um desses carregamentos.

Figura 6.15 - Curvas carga-deslocamento do mesmo corpo de prova em oito carregamentos específicos.

Fonte: própria.

Quando o corpo de prova foi carregado (dentro do regime elástico) e descarregado, pode-se dizer que houve um aumento na rigidez do corpo de prova (curva em preto, carregada até 750N, para curva em vermelho, carregada até 1500N). Esse ganho também foi observado no carregamento posterior, que foi até decaimento de 5% da carga máxima (curva em verde). Esse comportamento é interessante, pois mostra que a rigidez do material pode ser aumentada fazendo carregamentos e descarregamentos no mesmo corpo de prova, tendo como limite a carga máxima, uma vez que ensaios subsequentes mostraram que após ser atingida a carga máxima, a trinca começa a propagar. Quanto maior a trinca, menor a inclinação da curva no regime elástico, além da carga máxima cair consideravelmente (curvas em azul, azul claro, rosa, amarela e verde oliva).

A Tabela 6.4 mostra os resultados de trabalho de fratura para o corpo de prova submetido aos carregamentos sucessivos mostrados na Figura 6.15. O trabalho de fratura total ($W_{\text{fratura total}}$) corresponde à área total abaixo da curva.

Tabela 6.4 – Resultados de trabalho de fratura (W_{fratura}) para os carregamentos específicos no mesmo corpo de prova, sendo o total, a área abaixo de toda a curva e o parcial, descontando a região de regime elástico.

Carga de interrupção	$W_{\text{fratura Total}}$ (N.mm)
750N	184,4
1500N	548,7
Decaimento 5% $C_{\text{máx}}$	653,7
Decaimento 25% $C_{\text{máx}}$	546,5
Decaimento 55% $C_{\text{máx}}$	465,3
Decaimento 60% $C_{\text{máx}}$	261,3
Decaimento 80% $C_{\text{máx}}$	73,7
Decaimento 90% $C_{\text{máx}}$	0,22
Total	2733,82

Se for levado em consideração o trabalho de fratura para esse tijolo refratário, apresentado na seção 6.2.1, de 1216 ± 47 N.mm, pode-se dizer que, quando são feitos carregamentos sucessivos no mesmo corpo de prova, o trabalho de fratura necessário para romper o material, aumenta consideravelmente, nesse caso, mais que o dobro. Se fosse descontado o trabalho realizado pela parte elástica, chegar-se-ia próximo ao valor médio do trabalho de fratura, o que indicaria um consumo de energia adicional, necessária para reiniciar o crescimento de trinca, e não no crescimento propriamente dito, ou seja, a cada novo carregamento é necessário um adicional de energia na iniciação, o que no carregamento direto, esse processo só ocorre uma única vez.

A diminuição da carga máxima com o avanço da trinca pode ser justificada pela equação 4.13, em que a tensão necessária para fraturar uma peça é diretamente dependente da sua rigidez elástica e inversamente proporcional ao tamanho da trinca ou defeito inicial.

Já a diminuição da inclinação das curvas após carga máxima, pode ser justificada pelo dano progressivo que o corpo de prova vai sofrendo. Na região danificada do material, ou seja, próximo da ponta da trinca (à frente), a rigidez vai diminuindo.

Para explicar a diminuição da carga máxima, pode-se fazer referência à Santos⁽⁷⁰⁾, que mostrou que a diminuição da carga máxima está ligada à distância entre a ponta da trinca e o ponto de carregamento, conforme pôde ser visto na Figura 4.26. Lembrando que, quanto maior foi a distância entre o centro dos roletes e a ponta do entalhe (ponto de aplicação da força), menor foi a carga máxima necessária para iniciar o trincamento.

6.3 Resultados obtidos nos ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha: concreto refratário

Os ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha, no concreto, foram divididas em 4 etapas, a seguir. Na primeira para obtenção da energia de fratura do material estudado, a segunda na análise do comportamento da curva carga-deslocamento e carga-CMOD (deslocamento da abertura da boca da trinca), a terceira para observação do comportamento da trinca com o carregamento utilizando um microscópio digital, e a quarta na análise dos sinais obtidos pela técnica de emissão acústica durante o ensaio de propagação estável de trinca.

6.3.1 Determinação da energia de fratura total

Após ensaio de cinco corpos de prova, foi possível obter o trabalho de fratura, a área fraturada e posterior cálculo da energia de fratura média para o concreto refratário estudado. A Figura 6.16 mostra uma curva típica obtida no ensaio de um dos corpos de prova, até decaimento de 90% da carga máxima, em que a condição de propagação estável da trinca é obedecida, conforme equação 4.36. Os resultados médios de trabalho e energia de fratura foram de 650 ± 30 N.mm e de 92 ± 6 J/m², respectivamente.

Figura 6.16 - Curva carga x deslocamento típica do corpo de prova do concreto refratário em estudo, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha até decaimento de 90% da carga máxima.

Fonte: própria.

6.3.2 Comportamento das curvas carga-deslocamento e carga-CMOD durante os ciclos de carregamento

De posse do conhecimento do comportamento desse concreto refratário, visto no item anterior (6.3.1), ou seja, sabendo o valor médio de carga máxima atingida para esse material, foram determinados ciclos de carregamentos com interrupções específicas, tanto na parte elástica quanto na não elástica, sendo eles:

- Na região elástica: 300 N, 600 N e 900 N.
- Na carga máxima.
- Após carga máxima: sempre com decaimento de 10% $Cm_{\text{áx}}$ de cada novo carregamento.

A Figura 6.17 exibe a curva carga-deslocamento com as interrupções descritas anteriormente. No total foram 17 ciclos de carregamento, discriminados na legenda do gráfico para melhor entendimento.

Vale ressaltar que esse procedimento de interrupção de carregamento foi realizado num mesmo corpo de prova por meio do estudo das curvas carga-deslocamento e carga-abertura da boca da trinca, utilizando um extensômetro

(CMOD). As taxas de carregamento e descarregamento para os ensaios com interrupções nos ciclos, foram de respectivamente, 0,03 e 0,06 mm/s.

Pode-se observar que no início há uma certa acomodação do dispositivo e que conforme os carregamentos ocorrem, a inclinação da região elástica muda, acreditando-se numa determinada perda de rigidez do material, uma vez que ligações são rompidas no decorrer da propagação da trinca. Calculando a integral abaixo de cada curva obtida em cada carregamento e fazendo o somatório, encontra-se o valor de 932 N.mm para o trabalho de fratura total e de 123 J/m² para a energia de fratura. Vale ressaltar que esses valores são maiores que quando se faz o carregamento direto, resultado que também foi observado e discutido para o tijolo, uma vez que o trabalho da região linear não está sendo descontado a cada novo carregamento.

Se, a partir da união dos intervalos específicos obtidos pelos carregamentos da Figura 6.17, for elaborada uma curva carga-deslocamento, a fim de que uma curva aproximada seja obtida para o cálculo do trabalho de fratura e posterior energia de fratura, obtém-se a Figura 6.18. A partir dessa nova curva montada, foram obtidos os resultados de trabalho e energia de fratura de respectivamente, 887 N.mm e 117 J/m².

Figura 6.17 - Curva carga x deslocamento do concreto queimado a 1000°C, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamentos distintos no mesmo corpo de prova.

Fonte: própria.

Pelos resultados de trabalho e energia de fratura do corpo de prova ensaiado até decaimento de 90% da carga máxima (Figura 6.16), e da que foi submetida aos carregamentos específicos, pode-se afirmar que as duas grandezas aumentam em torno de 30% para as amostras carregadas. Conforme a trinca aumentou, energia adicional foi necessária para propagá-la.

Figura 6.18 - Curva carga-deslocamento a partir da união dos intervalos obtidos por carregamentos distintos.

Fonte: própria.

A Figura 6.19 exibe a curva CMOD-deslocamento, em que é observado o deslocamento da abertura da boca da trinca (CMOD) em função dos ciclos de carregamento. Observa-se que as curvas dos ciclos de 1 a 3, ou seja, no regime elástico, não apresentam histerese, uma vez que não há incremento significativo de abertura da boca da trinca, mostrando que ainda não havia ocorrido iniciação da propagação da trinca, existe uma linearidade nas curvas que representam o regime elástico. Conforme foram ocorrendo os carregamentos, a partir do ciclo 4, nota-se incrementos de abertura da boca da trinca, e que esse incremento tende a aumentar com o decorrer dos ciclos.

O comportamento observado na Figura 6.19, para a curva carga-CMOD, também é observado na Figura 6.17, curva carga-deslocamento, indicando que os testes de propagação estável de trinca podem ser acompanhados tanto pelo deslocamento do êmbulo da máquina de ensaios (Equação 4.37) quanto por um

medidor de deslocamento de abertura da boca da trinca (Equação 4.39), tendo somente uma pequena diferença no regime elástico.

Figura 6.19 - Curva carga x CMOD do concreto queimado a 1000°C, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamentos distintos no mesmo corpo de prova.

Fonte: própria.

A Figura 6.20 exibe o gráfico da porcentagem de abertura da boca da trinca (CMOD) e a porcentagem do trabalho de fratura para cada ciclo de carregamento. Observa-se que o trabalho de fratura aumenta até ser atingido o ciclo de carga máxima (4). A partir deste, o trabalho de fratura começa a cair para cada ciclo, mostrando que conforme a trinca avança, menos energia é necessária para propagar a mesma. A partir do 13º ciclo o trabalho torna-se praticamente constante.

Para o deslocamento da abertura da boca da trinca, nota-se que a mesma também aumenta consideravelmente no ciclo de carga máxima (ciclo 4), porém apresenta o mesmo comportamento nos próximos dois ciclos seguintes com a mesma porcentagem de abertura de carregamento que o ciclo 4. Depois tende a uma oscilação de crescimento e decaimento. Logo após os carregamentos que ultrapassam a carga máxima, ou seja, atingem a região não linear, a trinca já percorreu quase que toda a amostra, sendo assim a zona de processo vai

diminuindo e a energia disponível é gasta na abertura da boca da trinca e não no seu crescimento, uma vez que aumenta o tamanho da trinca livre de coesão, mas até então, tem-se gasto de energia para vencer o atrito entre as duas faces de trinca que estão abrindo.

Figura 6.20 - Gráfico da porcentagem da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura para cada ciclo de carregamento.

Fonte: própria.

A Figura 6.21 exibe o gráfico da porcentagem acumulada da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura em função de cada ciclo de carregamento. Nota-se que existe uma deformação elástica natural muito pequena da abertura da boca da trinca no regime elástico (3 primeiros ciclos de carregamentos) com pequeno acréscimo. A partir desse estágio, ela apresenta uma taxa crescente de abertura da boca da trinca em função dos ciclos de carregamento. Esse crescimento ocorre em menor porcentagem que o crescimento do trabalho de fratura, que tem um salto nos primeiros ciclos, mas depois tende a uma atenuação, sendo que sua taxa de crescimento é decrescente. Sendo assim, pode-se dizer que o deslocamento da abertura da boca de trinca tem uma taxa crescente com os ciclos de carregamento, enquanto

o trabalho de fratura indica uma taxa decrescente com o aumento do número de ciclos.

Figura 6.21 - Gráfico da porcentagem acumulada da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura em função de cada ciclo de carregamento.

Fonte: própria.

6.3.3 Observação da evolução do comprimento da trinca com utilização de microscópio digital

Durante os ensaios de propagação estável de trinca pelo método da cunha, foi feita uma avaliação do comportamento da trinca utilizando um microscópio digital, Dino-Lite, a fim de que se pudesse analisar e, posteriormente, relacionar o comportamento da curva carga-deslocamento com o comprimento e comportamento da trinca propagada. Ressalta-se aqui que esse estudo foi feito em pelo menos 5 corpos de prova, e que o mesmo comportamento foi observado, por isso é mostrado somente a observação de um corpo de prova.

A Figura 6.22 ilustra a curva carga-deslocamento típica desse ensaio com as seguintes regiões:

- 1) Fim do regime elástico e início da propagação da trinca.
- 2) Carga máxima.

- 3) Início do regime estacionário.
- 4) Fim do regime estacionário e início do transiente.
- 5) Trinca atravessa a zona de processo.

Figura 6.22 - Curva carga x deslocamento do concreto refratário queimado a 1000°C, com indicação das regiões de propagação da trinca.

Fonte: própria.

Vale ressaltar que a ampliação utilizada no microscópio digital foi de 90 vezes, máxima para esse modelo de microscópio, e que nessas condições foram determinados os comprimentos da trinca em cada estágio citado anteriormente. A Figura 6.23 ilustra a montagem das imagens obtidas após o ensaio de um dos corpos de prova, sendo que as imagens foram capturadas durante todo o ensaio, acompanhando o crescimento da trinca. Os números representam os fenômenos citados anteriormente na Figura 6.22.

Figura 6.23 - Montagem das imagens obtidas com microscópio digital do concreto refratário durante o ensaio de propagação estável de trinca.

Fonte: própria.

Após estudo da curva carga-deslocamento, viu-se que, aproximadamente, o estado estacionário termina quando há decaimento de cerca de 70% da carga máxima atingida no ensaio de propagação de trinca. Nesse ponto do ensaio, a trinca já havia atravessado pelo menos 50% do comprimento íntegro do corpo de prova, ressaltando que esse foi o comprimento possível de se observar com ampliação de 90 vezes do microscópio digital *in loco* ao ensaio. O que realmente importa é que nesse trecho da curva, o comportamento é linear, isto é, o crescimento da trinca é proporcional ao deslocamento do atuador, indicando então o estado estacionário, em que efeitos à frente, no sentido do crescimento da trinca, são anulados pelos efeitos desabilitados atrás da ponta ⁽³⁴⁾.

Se for levado em consideração o comportamento da curva carga-deslocamento, pode-se dizer que para o tijolo refratário, estudado na primeira etapa deste trabalho, o regime estacionário também teve seu término após decaimento de 70% da carga máxima do ensaio, que deve ser quando a trinca atravessa a amostra e então não se tem mais efeitos agindo na frente da ponta da trinca. Dessa forma, o tamanho do corpo de prova adotado para esse teste mostra-se adequado para desenvolver toda a zona de processo no estado estacionário.

Esses ensaios foram realizados em, no mínimo 5 corpos de prova, sendo que tanto o comportamento da curva carga-deslocamento quanto o crescimento de trinca, foram muito similares. A observação da propagação da trinca é um tanto quanto difícil no início, pois a mesma é muito fina. Ao final do ensaio, quando o deslocamento da abertura da boca da trinca está finalizada, é possível fazer uma melhor observação de toda sua extensão.

Como uma alternativa aos tipos de carregamento e como os mesmos interfeririam no comportamento da propagação da trinca, um corpo de prova foi submetido a ciclos de carregamento que eram interrompidos (a carga era zerada) com decaimento de 10% da carga máxima atingida em cada ciclo. A Figura 6.24 exibe a curva carga-deslocamento com as interrupções descritas anteriormente. No total foram 7 ciclos de carregamento, discriminados na legenda do gráfico para melhor entendimento.

Esse ensaio foi acompanhado com o microscópio digital *in loco* ao ensaio de propagação estável de trinca, sendo possível estimar a posição da trinca com os carregamentos. A Figura 6.25 ilustra a seqüência dessas imagens capturadas

após o ensaio, sendo que a posição da trinca com o carregamento é determinada durante o ensaio. Foi observado que:

- Ao final do ciclo 1, posição indicada pela seta FC_1 , vê-se que a trinca havia percorrido cerca de 15% do comprimento íntegro do corpo de prova.
- Ao final do ciclo 2, posição indicada pela seta FC_2 , vê-se que a trinca já havia percorrido cerca de 53% do comprimento íntegro do corpo de prova.
- Ao final do ciclo 3, posição indicada na Figura 6.25, pela seta FC_3 , vê-se que a trinca havia percorrido cerca de 85% do comprimento do corpo de prova.
- Ao final do ciclo 4 posição indicada na Figura 6.25, a trinca havia atravessado todo o comprimento do corpo de prova, porém ainda muito fina, sendo bem difícil sua visualização.
- Nos ciclos seguintes os carregamentos são responsáveis pela abertura da trinca passante no corpo de prova, já que no ciclo anterior, ela atravessou o corpo de prova.

Ressalta-se aqui também que a cada ciclo a carga máxima é menor, conforme já foi discutido anteriormente, uma vez que a trinca aumenta e a distância entre rolete e ponta da trinca aumentam, conforme descrito por Santos (70).

Figura 6.24 - Curva carga-deslocamento do concreto refratário queimado a 1000°C , obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamento interrompidos ao decaimento de 10% da carga máxima atingida em cada ciclo no mesmo corpo de prova.

Fonte: própria.

Figura 6.25 - Montagem das imagens obtidas com microscópio digital do concreto refratário durante o ensaio de propagação estável de trinca.

Continua na outra página....

Figura 6.25 -...continuação: Montagem das imagens obtidas com microscópio digital do concreto refratário durante o ensaio de propagação estável de trinca.

Fonte: própria.

6.3.4 *Avaliação do comportamento de propagação da trinca utilizando a técnica de emissão acústica (EA) e o método da cunha*

A Figura 6.26 exibe a curva carga-tempo obtida no ensaio de um dos corpos de prova de concreto refratário em estudo, uma vez que com a resposta da máquina de ensaios pode-se plotar curvas tanto da carga em função do deslocamento do atuador, como da carga em função do tempo. Essa curva foi utilizada para associação da carga com os sinais capturados pelo sistema de EA, visto que o tempo foi o mesmo para a captura tanto da carga e deslocamento como para os dados de EA, ou seja os programas operacionais da máquina de ensaios e de EA foram iniciados no mesmo instante. Dessa forma, pode-se dizer que os resultados a seguir representam o comportamento típico para o concreto refratário, já que foram ensaiados 3 corpos de prova para essa análise.

Conforme foi mostrado na Seção 6.3.3, os pontos enumerados na curva carga-tempo referem-se às seguintes regiões:

- 1) Fim do regime elástico e início da propagação da trinca.
- 2) Carga máxima.
- 3) Início do regime estacionário.
- 4) Fim do regime estacionário e início do transiente.
- 5) Trinca atravessa a zona de processo.

Esses pontos serão necessários para correlacionar as respostas dos sinais de EA com o que se confirmou até o momento no estudo do estado estacionário. Vale lembrar que, conforme apresentado na revisão bibliográfica ^(83,85,86), esses eventos de EA estão relacionados à liberação rápida de energia, que nesse caso, está intimamente associada ao trincamento.

A seguir, nas figuras 6.27, 6.28 e 6.29, são exibidos os gráficos de resposta de EA para o ensaio do corpo de prova representado pela curva da Figura 6.23. Essas figuras são um “print” da tela do computador de acompanhamento do teste após o ensaio, ou seja, são respostas do software de captura dos sinais de EA.

Figura 6.26 – Curva carga-deslocamento obtida no ensaio de propagação estável de trinca, com acompanhamento da técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário em estudo.

Fonte: própria.

A Figura 6.27 mostra a resposta dada pelo software de EA como gráfico de: (a) Amplitude e número de hits em função do tempo; (b) Energia e número de hits em função do tempo.

A escala de cores refere-se às quantidades que cada ponto representa de acordo com a respectiva cor. No acaso (a) tem-se:

Vermelho: mais que 25 hits

Verde: $10 < \text{hits} \leq 25$

Azul escuro: $5 < \text{hits} \leq 10$

Azul claro: $2 < \text{hits} \leq 5$

Roxo: $1 < \text{hits} \leq 2$

Verde oliva: 1 ou menos hits

Dessa forma, destaca-se, em vermelho, uma região de maior concentração de hits, porém com baixa amplitude, ou seja, muitos eventos são detectados com baixo sinal de amplitude nessa região (entre 1875 e 2125 segundos). De acordo com a Figura 6.26, essa região compreende a região de estado estacionário. Os sinais em verde, número intermediário de hits, têm início na carga máxima, sendo que na região de estado estacionário apresentam maior amplitude.

Figura 6.27 – Resposta do software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário, sendo as respostas em: (a) Amplitude e número de hits em função do tempo; (b) Energia e número de hits em função do tempo.

Fonte: própria.

No caso (b), ainda na Figura 6.27, com energia por tempo em função do número de hits, tem-se:

Vermelho: mais que 70 hits

Verde: $35 < \text{hits} \leq 70$

Azul escuro: $20 < \text{hits} \leq 35$

Azul claro: $9 < \text{hits} \leq 20$

Roxo: $4 < \text{hits} \leq 9$

Verde oliva: 4 ou menos hits

Na região com sinais em vermelho destaca-se uma grande quantidade de hits, com baixa energia, no intervalo de tempo de 1500 a 2500 segundos, ou seja, muitos eventos são detectados com baixa energia na região de carga máxima ao término da região de regime estacionário. A região com sinais em verde (de elevada energia), se inicia no final da região linear elástica, onde a trinca começa a ser pronunciada.

Com esses resultados, pode-se salientar que o maior número de eventos são confirmados na região de regime estacionário. Pequenos eventos são pronunciados durante todo o ensaio, porém com maior energia e amplitude nas regiões de início de carga máxima até o final do regime estacionário.

A Figura 6.28 ilustra outro *print* da tela de resposta com seis diferentes respostas dada pelo software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário.

Da Figura 6.28:

- em (a) tem-se a “contagem de sinais por amplitude” nos dois canais. Essa “vírgula” formada pelos sinais é característica dos ensaios de EA quando se tem uma trinca em propagação. Observa-se alta concentração de sinais (em vermelho) numa pequena escala de amplitude, e alta contagem de sinais em amplitudes maiores, porém em menor concentração.

- em (b), tem-se o “número de hits em cada canal”, capturados pelo sensor acoplado na lateral do corpo de prova.

- em (c), tem-se a “energia por tempo”, vendo que a concentração de energia começa na região de carga máxima, sendo mais intensa na região de regime estacionário.

- em (d), tem-se a “amplitude em cada canal”, observando que não houve variação da mesma nos dois canais.

- em (e), tem-se a “energia em cada canal”, com variação muito pequena entre um canal e outro, evidenciando que a propagação aconteceu de maneira bem homogênea nas duas faces de fratura geradas.

- em (f), tem-se a “contagem de sinais por tempo”. A região circulada e apontada pela seta mostra o “joelho”, região caracterizada pela propagação da trinca, segundo a técnica de EA, evidenciada na revisão dessa tese ⁽⁹²⁻⁹⁴⁾, visto que esse salto caracteriza a formação da zona de processo. Isso será melhor esclarecido nas Figuras 6.31 e 6.33.

Figura 6.28 - Resposta do software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário, sendo as respostas em: (a) Contagem por amplitude; (b) Quantidade de Hits por canal; (c) Energia por tempo; (d) Amplitude em cada canal; (e) Energia por canal; e (f) Contagem de sinais por tempo.

Fonte: própria.

A Figura 6.29 indica a resposta em termos de número de hits por tempo nos dois canais. Observa-se o mesmo comportamento para essas curvas com os

sinais capturados em ambos canais, evidenciando novamente que a propagação aconteceu de maneira bem homogênea nas duas faces de fratura geradas.

Figura 6.29 - Resposta dada pelo software de EA durante o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha no concreto refratário, em função do “número de hits por tempo” nos dois canais.

Fonte: própria.

Nas figuras seguintes são apresentados gráficos elaborados com os dados capturados pela máquina de ensaios obtidos no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, juntamente com os dados capturados pelo sistema de EA, todos em função do tempo decorrido de ensaio. Vale ressaltar que a captura foi iniciada no mesmo instante, não havendo, portanto, erros quanto ao tempo de captura dos dados.

A Figura 6.30 apresenta a curva carga-tempo, com captura de energia-tempo pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário. Fica evidente que sinais de maior energia acontecem na região de carga máxima e regime estacionário, e que uma maior população de sinais também está concentrada nessa região.

Figura 6.30 – Curva carga-tempo com captura de energia-tempo pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário.

Fonte: própria.

A Figura 6.31 apresenta a curva carga-tempo, com captura de energia acumulada por tempo pela técnica de EA. A curva de energia acumulada, e também de contagem de sinais acumulada (será vista adiante), são curvas típicas de se obter em análises por EA ⁽⁹²⁾. Alguns pontos foram determinados nessas curvas:

- Ponto X: Ponto de intersecção das duas retas traçadas a partir da parte linear elástica (reta em rosa) e da região linear do regime estacionário (reta em azul). Uma curiosidade é que essas retas se interceptam no tempo próximo à carga máxima.
- Ponto IRE: Marca o início do regime estacionário na curva carga-tempo (reta em azul). Com a linha pontilhada em roxo, determinou-se que o início do regime estacionário coincide com o início da linearidade na curva carga-energia acumulada (reta em verde).
- Ponto FRE: Marca o fim do regime estacionário na curva carga-tempo (reta em azul). Com a linha pontilhada em laranja, determinou-se que o fim do regime estacionário também coincide com o fim da linearidade na curva carga-energia acumulada (reta em verde), mostrando uma relação entre esses efeitos.

Figura 6.31 – Curva carga-tempo com captura de energia acumulada-tempo pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário.

Fonte: própria.

As Figuras 6.32 e 6.33 apresentam as curvas carga-tempo obtida no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com captura de contagem de sinais-tempo pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário, sendo que a Fig. 6.33 mostra a curva de contagem acumulada, sendo essa última, típica para as análises por EA ⁽⁹²⁾.

Na Figura 6.32 observa-se que uma maior contagem de sinais acontecem na região de carga máxima e regime estacionário, e que uma maior população de sinais também se concentra nessa região.

A curva mais interessante, com comportamento bem coerente para se fazer uma análise comparativa dos resultados é a Figura 6.33. Pois, assim como foi feito na Figura 6.31, aqui a análise se repete, valendo ressaltar que a região de “joelho”, indicada na Figura 6.28 e na literatura ⁽⁹²⁻⁹⁴⁾, correspondem ao início da fratura ou da zona de processo (região circulada em roxo). Se a literatura faz alusão ao início da fratura ou da zona de processo, afirma-se aqui, que a região em que se encontra o final da zona de processo coincide com o fim do regime estacionário e onde a trinca atravessa o corpo de prova (Figura 6.26).

Figura 6.32 – Curva carga-tempo obtida no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com captura de contagem de sinais pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário em estudo.

Fonte: própria.

Figura 6.33 – Curva carga-tempo obtida no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com captura de contagem acumulada pela técnica de EA para um corpo de prova do concreto refratário em estudo.

Fonte: própria.

Dessa forma fica claro que a emissão acústica pode ser utilizada como análise complementar no estudo do comportamento da trinca propagante, tendo sido eficaz no estudo realizado nessa tese.

7. CONCLUSÕES

Ao final desse estudo de propagação de trincas em refratários, pode-se concluir que:

- O método da cunha pode ser utilizado na avaliação da propagação estável da trinca, visto que as dimensões da amostra são suficientes para a evolução da zona de processo, o que não ocorre no método da barra entalhada e flexionada.
- A utilização de um microscópio digital, *in loco* ao ensaio, resolve o problema de acompanhamento da trinca com o carregamento, mesmo sendo difícil é de grande contribuição para execução das medidas do comprimento da trinca.
- Com as curvas carga-deslocamento e as imagens obtidas com o microscópio digital durante os ensaios de propagação estável de trinca, conseguiu-se estimar a região de zona de processo completa, ou seja, quando os fenômenos produzidos atingem o estado estacionário.
- Com a interrupção em pontos estratégicos de carregamentos e descarregamentos no teste de propagação estável de trinca num mesmo corpo de prova, consegue-se obter dados significativos para avaliação do comportamento da propagação de trincas, visto que a rigidez do material aumenta até ser atingida a carga máxima, já que ciclos subseqüentes à carga máxima mostraram que a trinca começa a propagar. Quanto maior a trinca, menor a inclinação da curva carga-deslocamento no regime elástico, e a carga máxima cai consideravelmente.
- Concretos submetidos ao carregamento-descarregamento, consomem mais energia para propagação total da trinca que os submetidos a um único carregamento.
- Essa tese mostra o motivo pelo qual poucos trabalhos são realizados na avaliação do comportamento do crescimento de trincas em refratários, já que é um trabalho de grande complexidade e que envolve muitas técnicas.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Considerando os aspectos envolvidos nesse trabalho, propõe-se:

- Utilizar e aprimorar o uso da técnica de EA nos ensaios de carregamento e descarregamento do concreto estudado nessa tese, a fim de complementar o estudo realizado com o mesmo.
- Empregar as técnicas envolvidas nessa tese em diferentes concretos, para isso foi submetido e aprovado junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da EEL/USP, um projeto de pós-doutorado intitulado: “Estudo da viabilidade do uso da técnica de emissão acústica na avaliação da propagação de trinca em refratários” que será desenvolvido em conjunto com o AMR/DCTA-IBAR. Nesse projeto será utilizado um concreto refratário sinterizado em diferentes temperaturas que levarão à formação de microestruturas diferentes.
- Desenvolver um projeto visando utilizar todo o conhecimento adquirido desde a instalação do método da cunha no GEMM/DEMa/UFSCar (2006-2007) e no DEMAR/EEL/USP (2007-2010) para validar o método da cunha, nas dimensões utilizadas atualmente, como uma técnica reconhecida na determinação da energia de fratura de materiais de comportamento quase frágil.

REFERÊNCIAS

1. LEE, W. E.; VIEIRA, W.; ZHANG, S.; GHANBARI AHARI, K.; SARPOOLAKY, H.; PARR, C. Castable refractory concretes. **International Materials Review**, v.3, n. 46, p. 145-167, 2001.
2. YANG, D-X.; LIU, Y-G.; FANG, M-H.; HUANG, Z-H.; Ye, D-Y. Study on the slag corrosion resistance of unfired Al_2O_3 -SiC/ β -Sialon/Ti(C,N)-C refractories. **Cermics Intenational**, n. 40, p. 1593-1598, 2014.
3. KAKROUDI, M.G.; HUGERR, M.; GAULT, C.; CHOTARD, T. Anisotropic behavior of andalusite particles used as aggregates on refractory castables. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 29, p. 571-579, 2009.
4. GARCIA, J. R.; OLIVEIRA, I. R.; PANDOLFELLI, V. C. Processo de hidratação e os mecanismos de atuação dos aditivos aceleradores e retardadores de pega do cimento de aluminato de cálcio. **Cerâmica**, v. 53, p. 42-56, 2007.
5. AUVRAY, J. M.; GAULT, C.; HUGER, M. Evolution of elastic properties and microstructural changes versus temperature in bonding phases of alumina and alumina-magnesia refractory castable. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 27, p. 3489-3496, 2007.
6. DAI, Q.; NG, K. 2D cohesive zone modeling of crack development in cementitious digital samples with microstructure characterization. **Construction and Building Materials**, v. 54, p. 584-595, 2014.
7. THUMMEN, F.; OLAGNON, C.; GODIN, N. Cyclic fatigue and lifetime of a concrete refractory. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 26, p. 3357-3363, 2006.
8. BRICHE, G.; DOYEN, N. T.; HUGER, M.; CHOTARD, T. Investigation of the damage behaviour of refractory model materials at high temperature by combined pulse echography and acoustic emission techniques. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p. 2835-2843, 2008.
9. SANTOS, E. C. B. **Estudo detalhado da propagação de trinca estável em concretos refratários pelo método da cunha**. 2012. Dissertação (Mestrado

- em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena/Universidade de São Paulo. 2012.
10. PILEGGI, R. G.; PANDOFELLI, V.C. Reologia e distribuição granulométrica de concretos refratários bombeáveis. **Cerâmica**, v. 48, nº. 305, p. 11-16, 2002.
 11. BALLINE, F.; DALEY, D. J.; STOYAN, D. Modelling the microstructure of concrete with spherical grains, **Computational Materials Science**, v. 35, p. 399-407, 2006.
 12. OLIVEIRA, I. R.; ANJOS, R. D.; PANDOLFELLI, V. C. Técnicas para avaliação da consolidação de suspensões cerâmicas com o uso de diferentes ligantes. **Cerâmica**, v. 53, p. 133-141, 2007.
 13. OTROJ, S.; SAGAEIAM, A.; DAGHIGHI, A.; NMATI, Z. The effect of nano-size additives on the electrical conductivity of matrix suspension and properties of self-flowing low-cement high alumina refractory castable. **Ceramics International**, v. 36, p. 1411-1416, 2010.
 14. GOGTAS, C.; LOPEZ, H.; SOBOLEV, K. Role of cement content on the properties of self-flowing Al_2O_3 refractory castables. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 34, p. 1365-1373, 2014.
 15. ALCOA brochure. Frankfurt: High Alumina Cements & Chemical Binders, 1996. 15 p.
 16. RIBEIRO, S.; RODRIGUES, J. A. The influence of microstructure on the maximum load and fracture energy of refractory castables. **Ceramics International**. v. 36, p. 263-274, 2010.
 17. AUVRAY, J-M.; GAULT, C.; HUGER, M. Microstructure changes and evolutions of elastic properties versus temperature of alumina and alumina-magnesia refractory castables. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p. 1953-1960, 2008.
 18. CERIOLO, L.; TOMMASO, A. D. Fracture mechanics of brittle materials: A historical point of view. In: INTERNATIONAL PhD SYMPOSIUM IN CIVIL ENGINEERING, 2., 1998 – Budapest, 8p.
 19. LAWMA, B. R. **Fracture of brittle solids**. 2nd ed. Cambridge: Great Britain at the University Press, 1993, 378p.
 20. MIANNAY, D. P. **Fracture Mechanics**: Berlin: Library of Congress Cataloging-in-Publication Data, 1998, Mechanical Engineering Series. 338p.

21. KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. Introduction to ceramics, 2nd ed. New York: John Wiley & Sons, 1975, 1032p.
22. FETT, T.; MUNZ, D. Fracture Mechanics. **Handbook of advanced ceramics**, New York: Elsevier Inc., 2013. p. 681-715.
23. CUNHA-DUCAN, F.N.; BRADT, R.C. Fratura de refratários. **Cerâmica**, v.49, p. 199-215, 2003.
24. GRASSET-BOURDEL, R.; ALZINA, A.; HUGER, M.; CHOTARD, T.; EMLER, R.; GRUBER, D.; HARMUTH, H. Tensile behaviour of magnesia-spinel refractories: comparison of tensile and wedge splitting tests. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, p. 913-923, 2013.
25. BARENBLATT, G. I.; SALGANIK, R. L.; CHEREPANOV, G. P. On the nonsteady propagation of cracks. **Journal of Applied Mathematics and Mechanics**, v. 26, n^o. 2, p. 469-477, 1962.
26. HILLERBOG, A.; MODÉER, M.; PETERSSON, P-E. Analysis of crack formation growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. **Cement and Concrete Research**, v. 6, p. 773-782, 1976.
27. HILLERBORG, A. The theoretical basis of a method to determine the fracture energy of concrete. **RILEY TECHNICAL COMMITTEES**, p. 291-296, 1985 ISBN 0025-5432.
28. DUAN, K.; HU, X.; WITTMANN, F.H. Size effect on specific fracture energy of concrete. **Engineering Fracture Mechanics**, v.74, p. 87-96, 2007.
29. HU, X.; DUAN, K. Influence of fracture process zone height on fracture energy of concrete. **Cement and Concrete Research**, v.34, p.1321-1330, 2004.
30. ALAN, S. Y.; KOTRONIS, P.; LOUKILI, A. Crack propagation and size effect in concrete using a non-local damage model. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 109, p. 246-261, 2013.
31. CHEN, H. H.; SU, R. K. L. Tension softening curves of plain concrete. **Construction and Building Materials**, v. 44, p. 440-451, 2013.
32. WEI, D.; XIANGMING, Z.; ZHIMIN, WU. On fracture process zone and crack extension resistance of concrete based on initial fracture toughness. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 352-363, 2013.

33. QING, L.; LI, Q. A theoretical method for determining initiation toughness base don experimental peak load. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 99, p. 295-305, 2013.
34. SAKAI, M.; ICHIKAWA, H. Work-of-fracture of brittle materials with microcracking and crack bridging. **International Journal of Fracture**, v. 55, p. 65-79, 1992.
35. KARIHALOO, B. L.; ABDALLA, H. M.; XIAO, Q. Z. Deterministic size effect in the strength of cracked concrete structures. **Cement and Concrete Research**, v. 36, p. 171-178, 2006.
36. CARPINTERI, A. Post-peak and post-bifurcation analysis of cohesive crck propagation. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 32, p. 265-278, 1989.
37. KARIHALOO, B. L.; CARPINTERI, A. ELICES, M. Fracture mechanics of cement mortar and plain concrete. **Advn Cem Bas Mat.**, v. 1, p. 92-105, 1993.
38. GUINEA, G. V.; EL-SAYED, K.; ROCCO, C. G.; ELICES, M.; PLANAS, J. The effect of the bond between the matrix and the aggregates on the cracking mechanism and fracture parameters of concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 32, p. 1961-1970, 2002.
39. PLANAS, J.; ELICES, GUINEA, G. V.; GÓMEZ, F. J.; CENDÓN, D. A.; ARBILLA, I. Generalizations and specializations of cohesive crack models. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 70, p. 1759-1776, 2003.
40. BARINOV, S. M. The work-of-fracture of brittle materials: Principle, determination and applications. **J. Mater. Res.**, v. 9, p. 1412-1424, 1994.
41. RIBEIRO, S.; GARCIA, G. C. R. ; SANTOS, E. M. B.; SANTOS, E. C. B.; RODRIGUES, J. A. Energia de fratura: revisão, aplicação, resultados experimentais e critérios para a sua medida. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 54., 2010, Foz do Iguaçu. P.2720-2731, 2010.
42. SAKAI, M. Fracture mechanics of refractory materials. **Taikabutsu**, v. 39, p. 604-612, 1987.
43. SAKAI, M., BRADT, R. C. Fracture toughness testing of brittle materials. **Int. Mat. Reviews**, v. 38, p. 53-78, 1993.
44. HARMUTH, H.; RIEDER, K.; KRABATH, M.; TSCHEGG, E. Investigation of nonlinear fracture behavior of ordinary ceramic refractory materials, **Materials Science and Engineering**, v. A214, p. 53-61, 1996.

45. HARMUTH, H. Stability of crack propagation associated with fracture energy determined by wedge splitting specimen. **Theoretical and Applied. Fracture Mechanics**, v. 23, nº. 1, p.103-108, 1995.
46. NAKAYAMA, J.; ABE, H.; BRADT, R. C. Crack Stability in the Work-of-Fracture Test: Refractory Applications. **Journal of the European Ceramic Society**, v.64, p.671, 1981.
47. AKSEL, C.; WARREN, P. D.; RILEY, F. L. Magnesia-spinel microcomposites. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 24, p. 2407, 2004.
48. LARSON, D. R.; COPPOLA, J. A.; HASSELMAN, D. P. H. Fracture toughness and spalling behavior of high- Al_2O_3 refractories. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 57, p. 417-421, 1974.
49. ALAPIN, B.; OLLIG, M.; PÖTSCHKE, J. Thermomechanical properties of selected refractory materials. In: INTER. COLL. REFR. EUROGRESS AACHEN, 46., 2003, Germany, **Proceedings** Inter. Coll. Refr. Eurogress Aachen. p.107-112.
50. KO, Y-C. Influence of the total fines content on the thermal shock damage resistance of Al_2O_3 -spinel castables. **Ceramics International**, v. 27, p. 501-507, 2001.
51. CHOU, C-C.; CHENG, I-L.; CHEN, K-J.; KO, Y-C. Fracture energy and thermal stress resistance parameter of high alumina brick, **American Ceramic Society Bulletin**, v. 65, p. 1042-1046, 1986.
52. HARMUTH, H.; TSCHEGG, E. K. Fracture mechanical characterization of ordinary ceramic refractory materials. **Veitsch-Radex Rundschau**, p. 465-542, 1984.
53. NAKAYAMA, J. Direct measurement of fracture energies of brittle heterogeneous materials. **Journal of the American Ceramic Society**. v. 48, p. 583-587, 1965.
54. RIBEIRO, S.; VIEIRA, J. S. C.; EXPOSITO, C. C. D.; RODRIGUES, J. A. Fracture energy of a refractory castable measured by wedge splitting method. In: UNIFIED INTERNATIONAL TECHNICAL CONFERENCE ON REFRACTORIES 10. UNITECR, 2007, Dresden – Alemanha.

55. ROSELLÓ, C.; ELICES, M.; GUINEA, G. V. Fracture of model concrete: 2. Fracture energy and characteristic length. **Cement and Concrete Research**, v.36, p. 1345-1353, 2006.
56. TSCHEGG, E. **Prüfeinrichtung zur Ermittlung von bruch-mechanischen Kennwerten sowie hierfür geeignete**, Prüfkörper. Austrian Patent AT 390328B, registered 1986.
57. RIBEIRO, S.; EXPOSITO, C. C. D.; RODRIGUES, J. A. Projeto, adaptação, instalação e testes preliminares para um sistema de medida de energia de fratura de materiais cerâmicos pelo método da cunha. **Cerâmica**, v. 54, p. 418-426, 2008.
58. RIBEIRO, S.; SANTOS, E. M. B.; GARCIA, G. C. R.; RODRIGUES, J. A. Elastic work and fracture energy of concretes made with crushed stones and pebbles aggregates. **Materials Science Forum**, v. 636, p. 1215-1221, 2010.
59. RIEDER, K. A.; TSCHEGG, E. K. Notch sensitivity of ordinary ceramic refractory materials. **Journal of Materials Science Letter**, v. 17, p. 675-678, 1998.
60. EINSFELD, R. A.; VELASCO, M. S. L. Fracture parameters for high-performance concrete. **Cement and Concrete Research**, v.36, p.576-583, 2006
61. XU, S.; ZHANG, X. Determination of fracture parameters for crack propagation in concrete using an energy approach. **Engineering Fracture Mechanics**, v.75, p.4292-4308, 2008.
62. RIBEIRO, S.; VIEIRA, J. S. C.; EXPOSITO, C. C. D.; RODRIGUES, J. A. Características do método da cunha para medida da energia de fratura de materiais cerâmicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 51., 2007, Salvador. **Proceedings** São Paulo: Tecart Editorial LTDA, 2007. v. 1. p. 1-12.
63. RIBEIRO, S.; RODRIGUES, J. A. Determinação da influência da composição no comportamento de fratura de argamassas utilizando o método da cunha. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 52., 2008, Florianópolis SC. **Proceedings** São Paulo - SP: TECART EDITORA LTDA, 2008. v. 1. p. 1-12.
64. RIBEIRO, S.; RODRIGUES, J. A. Influência da forma e do processo de obtenção do entalhe na carga máxima e na energia de fratura de

argamassas utilizando o método da cunha para propagação estável de trinca. **Cerâmica**, v. 55, p. 181-189, 2009.

65. RIBEIRO, S.; SANTOS, E. M. B.; GARCIA, G. C. R.; RODRIGUES, J. A. Mortars and concrete: Elastic work and fracture energy determined by the wedge splitting method. In: **Anais Materiais 2009** - INTERNATIONAL MATERIALS SYMPOSIUM, 5., 5-8 de abril de 2009, Lisboa – Portugal.
66. RIBEIRO, S.; SANTOS, E. M.B.; GARCIA, G. C. R.; RODRIGUES, J. Energia de fratura de argamassas produzidas com cimento portland: resultados interlaboratoriais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 53, 2009, Guarujá. **Anais**. São Paulo: Monferrer, 2009. v. 1. p. 1-12.
67. RIBEIRO, S.; GARCIA, G. C. R. ; SANTOS, E. M. B. ; RESENDE, W.S. ; RODRIGUES. Experimental study of the microstructure and mechanical properties of a refractory castable containing andalusite as aggregate sintered at 1000 and 1450°C. In: UNIFIED INTERNATIONAL TECHNICAL CONFERENCE ON REFRACTORIES UNITECR 2009 - BIENAL WORLDWIDE CONGRESS, 11. 2009, Salvador. **Proceedings** Belo Horizonte: TecArt Editora Ltda, 2009. v. 1. p. 1-4.
68. RIBEIRO, D. C.; GARCIA, G. C. R.; SANTOS, E. M. B.; RIBEIRO, S. Avaliação do comportamento à fratura de concretos com agregados de seixos utilizando o método da cunha (wedge splitting) para propagação estável de trinca. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 54., 2010, Foz do Iguaçu.
69. RIBEIRO, S.; RIBEIRO, D. C.; DIAS, M. B. S.; GARCIA, G. C. R.; SANTOS, E. M. B. Study of the fracture behavior of mortar and concretes with crushed rock or pebble aggregates. **Materials Research**, v. 14, p. 46-52, 2011.
70. SANTOS, E. C. B.; SANTOS, E. M. B.; GARCIA, G. C. R.; RESENDE, W.S.; RIBEIRO, S. Avaliação da energia de fratura pelo método da cunha em função da posição dos roletes. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 54., 2010, Foz do Iguaçu.
71. SANTOS, E. M. B.; GARCIA, G. C. R.; SILVA, V. M. S; RESENDE, W.S.; RIBEIRO, S. Estudo do comportamento da energia de fratura em função do tamanho do agregado e da temperatura de queima de um concreto aluminoso antierosivo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 54., 2010, Foz do Iguaçu.

72. SANTOS, E. M. B.; GARCIA, G. C. R.; RESENDE, W.S.; RIBEIRO, S. Avaliação da energia de fratura e da erosão de um concreto refratário antierosivo a 110 C, 600 C e 1000 C.. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 55., 2011, Porto de Galinhas PE. **Proceedings** São Paulo: Monferer SP, 2011. v. 1. p. 1633-1643.
73. SANTOS, E. M. B.; GARCIA, GISELI CRISTINA RIBEIRO; RESENDE, W.S.; RIBEIRO, S. Influência da energia de fratura específica e comprimento característico na resistência á erosão de concreto refratário antierosivo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 56., E CONGRESSO LATINO-AMERICANO DE CERÂMICA, 1., BRAZILIAN SYMPOSIUM ON GLASS AND RELATED MATERIALS, 9., 2012, Curitiba, PR, Brasil. **Proceedings** São Paulo: Monferrer, 2012. v. 1, p. 1152-1162.
74. SANTOS, E. M. B. **Avaliação experimental e teórica do comportamento de fratura e de erosão de concreto refratário antierosivo.** 2012. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena.
75. GARCIA, G. C. R.; RESENDE, W.S.; RODRIGUES, J. A.; RIBEIRO, S. Estudo experimental do comportamento da propagação de trincas em um refratário aluminoso. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 56., CONGRESSO LATINO-AMERICANO DE CERÂMICA, 1., BRAZILIAN SYMPOSIUM ON GLASS AND RELATED MATERIALS, 9., 2012, Curitiba, PR, Brasil, p. 1140-1151.
76. GARCIA, G. C. R. **Avaliação da resistência ao dano por choque térmico de concretos refratários utilizando os parâmetros de Hasselman e medidas de módulos elásticos retidos a partir de testes experimentais em amostras submetidas a ciclos de choque térmico.** 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena / Universidade de São Paulo.
77. GARCIA, G. C. R.; RESENDE, W.S.; RIBEIRO, S. Avaliação da energia de fratura total e do comportamento a propagação estável da trinca de um concreto refratário aluminoso autoescoante. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 57., 2013, Natal RN. **Anais** do 57º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Paulo: Monferrer São Paulo, 2013. v. 1, p. 2210-2222.

78. HASSELMANN, D. P. H. Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle materials. **Journal of the American Ceramic Society**, v.52, n.11, p.600-604, 1969.
79. HASSELMANN, D. P. H. Elastic energy at fracture and surface energy as design criteria for thermal shock. **Journal of the American Ceramic Society**, v.46, n.11, p.535-540, 1963.
80. HASSELMANN, D. P. H. Figures-of-merit for thermal stress resistance of high-temperature brittle materials: a review. **Ceramurgia International**, v.4, n.4, p.147-150, 1978.
81. HASSELMANN, D. P. H.; Singh, J. P. Role of mixed-mode crack propagation in thermally shocked brittle materials. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v.2, p.59-65, 1984.
82. ZIETLOW, W. K.; LABUZ, J. F. Measurement of the intrinsic process zone in rock using acoustic emission. **Int. J. Rock Mech. Min. Sci.** v.35, p. 291-299, 1998.
83. HU, S., LU, J.; XIAO, F. Evaluation of concrete fracture procedure based on acoustic emission parameters. **Construction and Building Materials**. v.47, p. 1249-1256, 2013.
84. RANJITH, P. G., JASINGE, D.; SONG, J. Y.; CHOI, S. K. A study of displacement rate and moisture content on the mechanical properties of concrete: Use of acoustic emission. **Mechanics of Materials**. v.40, p. 453-469, 2008.
85. CARPINTERI, A., LACIDOGNA, G.; NICCOLINI, G. Critical defect size distributions in concrete structures detected by the acoustic emission technique. **Meccanica**. v.43, p. 349-363, 2008.
86. SAGAR, R.V.; PRASAD, B.K.R; KUMAR, S.S. An experimental study on cracking evolution in concrete and cement mortar by the b-value analysis of acoustic emission technique. **Cement and Concrete Research**, v. 42, p. 1094-1104, 2012.
87. GROSSE, C. U.; OHTSU, M. **Acoustic emission testing**. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, ISBN 978-3-540-69895-1, 2008.
88. POLLOCK, A. A. Nondestructive evaluation and quality control – acoustic emission inspection”. In: **ASM Handbook**. 2.ed. Materials Park: ASM Int., 1992. v.17.

89. MCINTIRE, P.; MILLER, R.K. Acoustic emission testing: **Nondestructive Testing Handbook**, 2ed., v. 5, 1987.
90. SOARES, S. D. **Emissão Acústica**. ABENDE – Associação Brasileira de Ensaaios não Destrutivos, 2000.
91. PHYSICAL ACOUSTICS CORPORATION. **Mistras 2001 user's manual**. Princeton, New Jersey, USA, 1992.
92. LANDIS, E. N.; SHAH S. P. The influence of microcracking on the mechanical behavior of cement based materials. **Advanced Cement Based Materials**. v.2, n. 3, p. 105-118, 1995.
93. LI, Z.; SHAH, S. P. Localization of microcracking in concrete under axial tension. **ACI Materials Journal**. v.91, n. 4, p. 372-381, 1994.
94. OHTSU, M. AE application to fracture mechanics. **JCI TRANS**. v.11, p. 673-678, 1989.