

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA**

**PAULA ROBERTA DOS SANTOS**

**INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TERMOMECÂNICAS DE  
MATERIAIS CERÂMICOS REFRAATÓRIOS PRODUZIDOS COM SÍLICA  
RESIDUAL DA CASCA DE ARROZ E FIBRA DE AÇO**

**Alegrete**

**2017**

**PAULA ROBERTA DOS SANTOS**

**INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TERMOMECÂNICAS DE  
MATERIAIS CERÂMICOS REFRAATÓRIOS PRODUZIDOS COM SÍLICA  
RESIDUAL DA CASCA DE ARROZ E FIBRA DE AÇO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia – PPEng da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de concentração: Tecnologia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Marco Antonio Durlo Tier

**Alegrete**

**2017**

PAULA ROBERTA DOS SANTOS

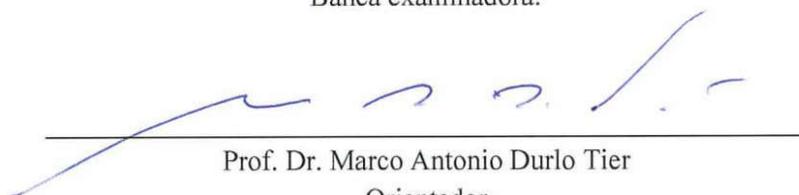
**ESTUDO DE MATERIAIS CERÂMICOS REFRACTÁRIOS COM ADIÇÃO DA  
SÍLICA RESIDUAL PROVENIENTE DA QUEIMA DA CASCA DE ARROZ E FIBRA  
DE AÇO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia – PPEng da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de concentração: Tecnologia de Materiais

Dissertação defendida e aprovada em: 25 de abril de 2017.

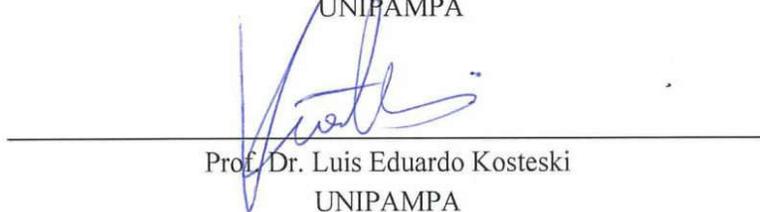
Banca examinadora:



---

Prof. Dr. Marco Antonio Durlo Tier

Orientador  
UNIPAMPA



---

Prof. Dr. Luis Eduardo Kostascki

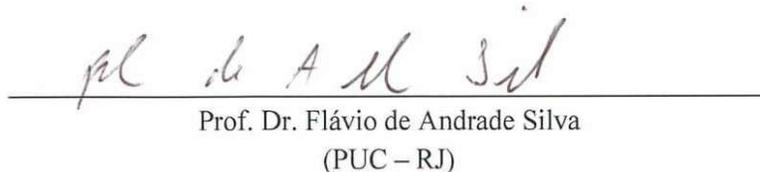
UNIPAMPA



---

Prof. Dra. Ana Cláudia Costa de Oliveira

UNIPAMPA



---

Prof. Dr. Flávio de Andrade Silva

(PUC – RJ)

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos  
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do  
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais) .

d324i dos Santos, Paula Roberta  
INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TERMOMECÂNICAS DE  
MATERIAIS CERÂMICOS REFRAATÓRIOS PRODUZIDOS COM SÍLICA RESIDUAL  
DA CASCA DE ARROZ E FIBRA DE AÇO / Paula Roberta dos Santos.  
86 p.  
  
Dissertação (Mestrado)-- Universidade Federal do Pampa,  
MESTRADO EM ENGENHARIAS, 2017.  
"Orientação: Marco Antonio Durlo Tier".  
  
1. cerâmicas refratárias. 2. sílica da casca de arroz. 3.  
fibras de aço. I. Título.

Dedico esta dissertação aos meus amados pais, Paulo e Meire, maiores incentivadores e fontes inesgotáveis de apoio, amor e compreensão.

## AGRADECIMENTO

Agradeço a Deus por mais uma conquista, por me tornar uma pessoa forte nos momentos mais difíceis e me dar forças pra seguir em frente.

Ao meu pai, Paulo por sempre acreditar em mim quando nem eu mesma achava possível, por abdicar com seus sonhos em favor dos meus e por sempre me incentivar e me mostrar que meus sonhos podem se tornar realidade.

A minha mãe Meire, agradeço pelo incentivo, amor, carinho e pelo que sou hoje, sem você nada disso seria possível, você foi minha maior motivadora nesta caminhada.

Aos meus irmãos, Carlos e Gabriel, que sempre estiveram ao meu lado.

Ao meu grande amigo, e namorado Renan, pelo carinho e paciência nos momentos de desabafo, obrigada por sempre me motivar e acreditar que posso ir mais longe.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marco Durlo Tier pela orientação e amizade, por me acalmar nos momentos mais difíceis e por acreditar no meu potencial.

Ao colega de mestrado Alessandro pelo conhecimento repassado, pela ajuda em todo trabalho e pela amizade.

Um agradecimento especial a minha amiga Daniela, que sempre esteve ao meu lado e nunca mediu esforços pra me ajudar.

Às queridas amigas Helena, Caroline, Evelize, Gabriela e Luiza, que se fizeram presentes do início ao fim, tornando essa caminhada mais leve e mais tranquila.

A todos os amigos que mesmo longe se preocuparam e me incentivaram.

Aos técnicos do laboratório Marcelo Oliveira, Raquel Machado e Dieison Fantineli, por todo o conhecimento transmitido no laboratório e pela ajuda.

A todos aqueles que de forma direta ou indireta me ajudaram ao longo do caminho.

Muito obrigada a todos.

## RESUMO

Devido ao elevado teor de sílica presente na cinza da casca de arroz, a mesma pode ser empregada como matéria-prima para a fabricação de cerâmicos refratários. O Estado do Rio Grande do Sul é o maior produtor nacional de arroz. O beneficiamento do arroz gera subprodutos, dentre eles a casca, utilizada como fonte de energia para a secagem do cereal. A queima da casca gera um novo resíduo, a cinza da casca do arroz, que normalmente é descartada em solos ou aterros. Em trabalhos prévios observou-se que materiais cerâmicos refratários produzidos com percentuais de 20% de sílica resultam em um aumento da resistência à compressão e flexão, mas possuem menor resistência ao choque térmico em relação à cerâmica convencional. Desta forma, no presente trabalho utilizaram-se fibras metálicas com o intuito de aumentar a resistência ao choque térmico e a ductilidade dos materiais cerâmicos refratários. Os corpos de prova foram fabricados com adição de sílica de casca de arroz em porcentagens de 15% e 20 % e substituição de 1% e 2% de fibra de aço refratário. Após a queima em 1300° C, foram determinadas as propriedades físicas, mecânicas e termomecânicas do material através de ensaios de absorção de água, densidade de massa, porosidade aparente, resistência à compressão, flexão em três pontos, choque térmico, condutividade térmica e análise de microestrutura do material. A substituição da argila pela sílica resultou em maior resistência mecânica e maior tenacidade, possivelmente devido à diminuição da porosidade e pelo aumento do nível de vitrificação. A cerâmica com 2% de fibra apresentou a maior ductilidade e maior resistência ao choque térmico.

Palavras-Chave: cerâmicas refratárias, sílica da casca de arroz, fibras de aço.

## ABSTRACT

Due to the high content of silica present in rice husk ash, it can be used as raw material for the manufacture of refractory ceramics. The State of Rio Grande do Sul is the largest national producer of rice. The processing of the rice generates by-products, among them the husk, the source of energy for the drying of the cereal. The burning of the husk creates a new residue, the ash of the rice husk, which is usually discarded in soils or landfills. In previous work observed that refractory ceramic materials produced with 20% of silica resulted in an increase in compressive and flexural strength, but showed lower thermal shock resistance than conventional ceramics. Thus, in the present work, metallic fibers were used in order to increase the resistance to thermal shock and the ductility of the refractory ceramic materials. The specimens were fabricated with addition of 15% or 20% of rice husk silica, and substitution of 1% or 2% of refractory steel fiber. After a firing at 1300 °C, physical, mechanical and thermomechanical properties of material were determined by water absorption, bulk density, apparent porosity, compressive strength, three-point bending, thermal shock, thermal conductivity and microstructure analysis of material. The substitution of silica clay resulted in higher mechanical strength and higher toughness, possibly due to decreased porosity and increased level of vitrification. The ceramic with 2% of fiber presented a greater ductility and a greater resistance to the thermal shock.

Key words: ceramic refractories, rice husk silica, steel fibers.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Difratoograma de raios X da sílica obtida a 700° C .....	28
Figura 2 - Curva Tensão de Tração x Deformação em função do volume de fibras.....	32
Figura 3 - Fluxograma das etapas.....	34
Figura 4 - Argila Caulim.....	35
Figura 5 - Sílica da casca do arroz.....	36
Figura 6 - Fibras de aço.....	37
Figura 7 - Curva granulométrica da SCA e da argila caulim.....	38
Figura 8 - Espectro de difração de raios X da SCA.....	39
Figura 9 - Matriz macho-fêmea.....	41
Figura 10 - Forno de queima para cerâmica.....	42
Figura 11 - Rampa de aquecimento durante a queima.....	43
Figura 12 - Ensaio de absorção de água, porosidade aparente e densidade de massa.....	44
Figura 13 - Instrumentação do ensaio de resistência à compressão.....	47
Figura 14 - Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de compressão (mm).....	47
Figura 15 - Capeamento dos corpos de prova.....	48
Figura 16 - Equipamento para ensaio de resistência à flexão em três pontos.....	49
Figura 17 - Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de flexão (mm).....	49
Figura 18 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	50
Figura 19 - Equipamento utilizado para realizar o recobrimento com ouro.....	50
Figura 20 - Etapas do ensaio de resistência ao choque térmico: (a) Material sendo retirado do forno; (b) Material sendo colocado no tanque de resfriamento com água.....	52
Figura 21 - Equipamento <i>LaserComp</i> .....	53
Figura 22 - Matriz.....	53
Figura 23 - Espectro de difrações de raios X antes da queima: (a) AC; (b)15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20SCA1AF; (g) 20SCA2FA.....	54
Figura 24 - Espectro de difrações de raios X depois da queima: (a) AC; (b)15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20SCA1AF; (g) 20SCA2FA.....	56
Figura 25 - Resultados de porosidade aparente e absorção de água.....	58
Figura 26 - Variação de massa e retração linear após a queima.....	59
Figura 27 - Retração linear entre as cerâmicas após a queima.....	60
Figura 28 - Resistência média à compressão (MPa).....	61

Figura 29 - Curvas típicas obtidas no ensaio de resistência e compressão .....	62
Figura 30 - Imagem dos corpos de prova após a ruptura à compressão .....	63
Figura 31 - Resistência à tração na flexão em três pontos .....	64
Figura 32 - Curvas típicas obtidas do ensaio de flexão em três pontos .....	65
Figura 33 - Corpos de prova ensaiados à flexão em três pontos .....	67
Figura 34 - Amostras analisada no MEV: (a) amostra sem recobrimento de ouro; (b) amostra com recobrimento de ouro.....	67
Figura 35 - Micrografia em MEV com magnificação de 100x: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20CSA1FA; (g) 20SCA2FA.....	68
Figura 36 - Micrografia em MEV com magnificação de 500x: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20CSA1FA; (g) 20SCA2FA.....	69
Figura 37 - Micrografia em MEV com magnificação de 1000x: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20CSA1FA; (g) 20SCA2FA .....	70
Figura 38 - Ruptura das amostras com substituição parcial de SCA.....	74
Figura 39 - Ruptura das amostras com 1% e 2% de fibra.....	74
Figura 40 - Amostras utilizadas no ensaio de condutividade térmica .....	75

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação de materiais refratários conforme a NBR 10237.....	19
Tabela 2 - Classificação dos materiais refratários segundo a composição química.....	20
Tabela 3 - Principais transformações ocorridas durante a sinterização.....	27
Tabela 4 - Composição química da argila caulim.....	35
Tabela 5 - Composição química da SCA.....	36
Tabela 6 - Composição química da fibra de aço inox.....	37
Tabela 7 - Características da fibra de aço.....	38
Tabela 8 - Nomenclatura das cerâmicas refratárias.....	40
Tabela 9 - Resultados dos ensaios físicos.....	57
Tabela 10 - Redução da retração linear e aumento da variação de massa.....	59
Tabela 11 - Redução da retração linear e variação da massa nas amostras com fibras.....	60
Tabela 12 - Resultados do ensaio de resistência à compressão.....	61
Tabela 13 - Resultados médios da tenacidade à compressão.....	63
Tabela 14 - Resultados da resistência à tração na flexão em três pontos.....	64
Tabela 15 - Resultados médios da tenacidade à flexão.....	66
Tabela 16 - Resultados do ensaio de choque térmico.....	73
Tabela 17 - Resultado do ensaio de condutividade térmica.....	75

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

SiO<sub>2</sub> – Óxido de silício

CA – Casca de arroz

CCA – Cinza da casca de arroz

SCA – Sílica da casca de arroz

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	15
1.1 Objetivos.....	16
1.1.1 Objetivo geral .....	16
1.1.2 Objetivos específicos.....	16
1.2 Estrutura do trabalho .....	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	18
2.1 Cerâmica.....	18
2.2 Cerâmica refratária.....	19
2.3 Propriedades dos materiais cerâmicos refratários.....	21
2.3.1 Propriedades físicas.....	21
2.3.2 Propriedades mecânicas.....	22
2.3.3 Propriedades térmicas.....	23
2.4 Produção de cerâmica refratária .....	25
2.4.1 Dosagem e mistura .....	25
2.4.2 Conformação.....	25
2.4.3 Secagem.....	26
2.4.4 Sinterização.....	26
2.5 Matérias-primas alternativas.....	27
2.5.1 Cinza da casca do arroz .....	27
2.5.2 Fibra de aço.....	30
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	34
3.1 Matérias-primas .....	34
3.1.1 Argila caulim .....	35
3.1.2 Sílica da casca do arroz .....	36
3.1.3 Fibra de aço.....	37
3.1.4 Caracterização das matérias-primas .....	38
Granulometria.....	38
Difração de raios X das matérias-primas .....	39
3.2 Produção das amostras cerâmicas refratárias .....	39
3.2.1 Preparação das matérias-primas.....	40
3.2.2 Prensagem dos corpos de prova .....	41

3.2.3 Extração dos corpos de prova .....	41
3.2.4 Secagem e sinterização.....	42
3.3 Ensaios nas cerâmicas refratárias.....	43
3.3.1 Ensaios físicos.....	44
Densidade de massa .....	44
Porosidade aparente .....	45
Retração linear de queima e variação de massa .....	45
3.3.2 Ensaios mecânicos e termomecânicos.....	46
Resistência à compressão.....	46
Resistência à tração na flexão em três pontos .....	48
Tenacidade.....	50
Resistência ao choque térmico .....	51
Condutividade térmica .....	52
4 RESULTADOS .....	54
4.1 Caracterização das cerâmicas refratárias.....	54
4.1.1 Difração de raios X .....	54
4.2 Ensaios físicos.....	57
4.2.1 Densidade de massa, porosidade aparente, absorção de água retração linear de queima e variação de massa .....	57
4.3 Ensaios mecânicos .....	60
4.3.1 Resistência à compressão .....	61
4.3.2 Resistência à tração na flexão em três pontos .....	63
4.4 Ensaios termomecânicos nas cerâmicas refratárias .....	72
4.4.1 Resistência ao choque térmico.....	72
4.4.2 Condutividade térmica .....	75
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	76
5.1 Conclusões.....	76
5.2 Sugestões para trabalhos futuros.....	76
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>76</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>82</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O Estado do Rio Grande do Sul é o maior produtor de arroz do Brasil. Segundo o IBGE (2016) a produção estimada para a safra de 2016 é de 8.433.761 toneladas, o que corresponde a 71,2% da produção nacional. Conforme dados do IRGA (2016), os municípios com maior produção no país estão localizados na fronteira oeste e no sul do estado, sendo eles: Uruguaiana, Itaquí, Santa Vitória do Palmar, Alegrete e São Borja.

A casca de arroz (CA) representa 20% do total da produção, um resíduo muitas vezes não aproveitado e descartado de forma incorreta. Como alternativa, as indústrias de beneficiamento estão utilizando a CA como fonte de energia para a secagem do cereal, pois a mesma apresenta elevado poder calorífico (3200 Kcal/Kg). Além disso, o vapor gerado na queima pode ser empregado na geração de eletricidade, tornando as indústrias autossuficientes e até exportadoras de energia, o que resulta em ganhos econômicos e ambientais.

A queima da CA gera um novo resíduo, a cinza da casca do arroz (CCA), chegando a representar 20% do volume da casca (POUEY, 2006). Geralmente as indústrias descartam a CCA em solos ou aterros. Após grandes volumes, o solo não consegue mais absorvê-la, resultando na perda da biodiversidade.

A combustão em leito fluidizado, com controle de temperatura, é um método eficiente para obtenção da sílica da casca de arroz (SCA), em estado amorfo e de qualidade, a partir da CA, sendo um resíduo com maior valor agregado que a CCA.

Folletto et al. (2005) relatam que a SCA possui teor de sílica superior a 92%. Assim, o resíduo pode agregar valor econômico ao ciclo produtivo através da sua aplicação em diversas áreas, como eletrônica, construção civil, indústria química, cerâmicas, entre outras.

A utilização da SCA em concretos e argamassas já possui inúmeras pesquisas, como as de Cordeiro (2006), Poey (2006), Silva (2004) e Weber (2001). Contudo, ainda se faz necessária a diversificação do uso de SCA através do seu emprego como matéria-prima para a fabricação de diferentes materiais, incluindo-se os materiais refratários. Della et al. (2001), Sobrosa (2014) e Stochero (2015) realizaram estudos que demonstram avanços da utilização da SCA neste tipo de material.

Sobrosa (2014) analisou o efeito da substituição parcial de 5, 10 e 20% da argila pela SCA em cerâmica refratária, concluindo que, conforme se aumenta o teor de argila por SCA, ocorre um melhor empacotamento na mistura, resultando em uma melhora nas propriedades mecânicas do material. Entretanto, as amostras com 20% de SCA apresentaram menor

resistência ao choque térmico. Assim, com este trabalho, pretende-se melhorar esta propriedade através da adição de fibras de aço. Visando a utilização deste refratário em fornos siderúrgicos.

Algumas pesquisas, realizadas por Pemberton et al. (2011), Medeiros (2012) e Rambo (2012), relatam que a adição de fibras de aço em compósitos de matriz cerâmica aumenta a confiabilidade do material, pois este reforço tem a capacidade de amplificar a tenacidade do material, limitando a propagação de trincas.

Assim, este trabalho propõe a utilização de fibra de aço e de sílica na cerâmica refratária, esperando melhorar suas propriedades mecânicas e termomecânicas e viabilizar o uso deste resíduo como matéria-prima, de modo a se alcançar um ciclo produtivo com resíduo zero para a cultura do arroz.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo geral**

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver materiais cerâmicos refratários com o uso de sílica proveniente da queima da casca de arroz e fibra de aço refratário, buscando melhorar as suas propriedades mecânicas e termomecânicas e agregar valor à sílica residual proveniente da queima da casca de arroz.

### **1.1.2 Objetivos específicos**

1. Avaliar as propriedades físicas: densidade de massa, porosidade aparente, absorção de água, retração linear de queima e variação de massa;
2. Avaliar propriedade mecânicas e termomecânicas: resistência à compressão, resistência à tração na flexão em três pontos, tenacidade, choque térmico e condutividade térmica das amostras;
3. Analisar as transformações mineralógicas e microestruturais ocorridas nos materiais investigados;
4. Definir a composição ótima das amostras através dos ensaios de resistência mecânica e refratariedade.

## 1.2 Estrutura do trabalho

O presente trabalho está dividido em cinco capítulos, organizados da seguinte forma:

Capítulo 1 – Introdução: apresenta a importância da pesquisa, justificando a escolha do tema e os objetivos gerais e específicos.

Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica: São abordados temas como materiais cerâmicos, materiais cerâmicos refratários, cinza da casca de arroz e fibra de aço. Sobre os materiais cerâmicos refratários, são abordadas as características e propriedades importantes, sua matéria-prima e seus métodos de produção. Em relação à sílica da casca de arroz, são abordados os métodos de obtenção, características e aplicações, onde são consideradas suas características e constituição. E a respeito das fibras de aço são abordadas propriedades, características e a viabilidade de utilização.

Capítulo 3 – Materiais e Métodos: Descreve as matérias-primas e a metodologia empregada na produção da cerâmica refratária, bem como os ensaios físicos, mecânicos e termomecânicos que foram realizados.

Capítulo 4 – Resultados: São apresentados os principais resultados obtidos, na forma de gráficos e tabelas.

Capítulo 5 – Considerações Finais: Apresenta as conclusões gerais do trabalho e sugestões para futuros trabalhos.

O trabalho é finalizado com a apresentação das Referências Bibliográficas e dos Anexos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são abordadas as pesquisas realizadas em cerâmicas, suas propriedades físicas, mecânicas e térmicas e seus métodos de produção. Além disso, é apresentado o potencial de aplicação da cinza da casca do arroz e fibras de aço, como matérias-primas alternativas para a produção de cerâmicas refratárias.

### 2.1 Cerâmica

A palavra “cerâmica” é derivada do vocábulo grego *keramos*, que significa “argila queimada”. É um dos materiais artificiais mais antigos produzidos pelo homem, utilizado inicialmente na confecção de vasilhas que deveriam ser resistentes, impermeáveis e de fácil fabricação.

A primeira grande fábrica de produtos cerâmicos no Brasil foi fundada em 1893 na cidade de São Paulo, por quatro irmãos franceses, naturais de Marselha, dando origem às telhas com nome “francesas” ou “marselhesas” (SEBRAE, 2008).

Segundo Callister (2008), cerâmicas são compostos formados por elementos metálicos e não metálicos, frequentemente compostos por óxidos, nitretos e carbetos (materiais inorgânicos). Esses materiais têm, como características, isolamento térmico e elétrico elevado, resistência elevada a ataques químicos e altas temperaturas. Em relação às propriedades mecânicas, as cerâmicas são duras, frágeis e quebradiças.

A argila, um material natural, é a principal matéria-prima utilizada nas cerâmicas. Possui textura terrosa, granulação fina, e é constituída basicamente de argilominerais, além de matéria orgânica e outras impurezas. Os argilo minerais presentes fazem com que a mesma, na presença de água, desenvolva propriedades como: plasticidade, retração linear de secagem, compactação, tixotropia e viscosidade de suspensões aquosas que explicam sua grande variedade de aplicações. Os principais grupos de argilominerais são caulinita, ilita e esmectitas ou montmorilonita (ABCERAM).

As caulinitas são as mais refratárias, pois a presença de óxidos e hidróxidos de ferro é quase nula, sendo assim brancas ou quase brancas, ao contrário das montmorilonitas. Este último grupo exibe uma plasticidade maior em função de as partículas serem mais finas. As ilitas apresentam características intermediárias (NJOYA, 2012).

## 2.2 Cerâmica refratária

Materiais refratários são produtos que possuem a finalidade de suportar temperaturas elevadas nas condições específicas de processo e operação dos equipamentos industriais, que envolvem ataques químicos, esforços mecânicos e variações bruscas de temperaturas.

A capacidade de proporcionar isolamento térmico é importante, sendo suas principais aplicações em revestimentos de fornos para refino de metais, fabricação de vidro, tratamentos térmicos e geração de energia (BÓ et al., 2007).

A NBR 10237 (ABNT, 2014) classifica as cerâmicas em três grupos de acordo com a composição química e mineralógica da matéria-prima predominante na mistura: ácidos, básicos e neutros, e os que não se enquadram satisfatoriamente em nenhum dos três grupos mencionados, são chamados refratários especiais, conforme a Tabela 1.

Tabela 1 - Classificação de materiais refratários conforme a NBR 10237

<b>Grupo</b>	<b>Classe</b>
Ácidos	Silicosos ou de sílica
	Silicoalumínicos ou de sílica-alumina
Básicos	Magnesianos ou de magnésia
	Magnésio-cromíticos ou de magnésia-cromita
	Cromomagnesianos ou de cromita-magnésia
	Dolomíticos ou de dolomita
	De magnésia-carbono
Neutros	Aluminosos ou de alumina
	De alumina-carbono
	De alumina-carbeto-carbono ou silício-carbono
	Aluminosos cromíticos ou de alumina-cromita
	Cromíticos ou de cromita
	De carbono
Especiais	Grafíticos ou de grafita
	De carbeto de silício
	De cordierita
	De mulita

Fonte: NBR 10237 (ABNT, 2014, p.3)

Os materiais refratários ácidos são constituídos principalmente por sílica e resistem à temperatura de aproximadamente 1700°C. São resistentes a escórias ricas em sílica, entretanto possuem baixa resistência a escórias básicas. São utilizados geralmente em tetos de fornos para a fabricação de aço e vidro (SOBROSA, 2014).

Refratários neutros possuem um comportamento neutro em relação à reação química e são produzidos com matérias-primas ricas em óxido de alumínio e cromo (STOCHERO, 2015).

Os refratários especiais são relativamente caros, pois incluem os óxidos de elevada pureza, como a magnesita, alumina, sílica, berília, zircônia, mulita, além de outros compostos à base de carbetos. Esses materiais, como o carbetto de silício (SiC), têm aplicabilidade na fabricação de elementos para aquecimento, como os cadinhos (CALLISTER, 2008).

A NBR 10237 (ABNT, 2014) também classifica os refratários segundo a composição química, conforme a Tabela 2.

Tabela 2 - Classificação dos materiais refratários segundo a composição química

<b>Tipo</b>	<b>Classe/Características</b>				
Silicosos	SL-1 (%SiO <sub>2</sub> )	SL-2 (%SiO <sub>2</sub> )	SL-3 (%SiO <sub>2</sub> )	-	-
	65-84,99	85-92,99	min. 93	-	-
Silicoaluminosos	AS-4 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AS-3 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AS-2 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AS-1 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	-
	22-27,99	28-33,99	34-39,99	40-45,99	-
Magnesianos	MG-85 (%MgO)	MG-90 (%MgO)	MG-95 (%MgO)	MG-98 (%MgO)	-
	81-85,99	86-90,99	91-95,99	min.96	-
Magnésia-cromita	MC-60 (%MgO)	MC-70 (%MgO)	MC-80 (%MgO)	- (%MgO)	-
	55-64,99	65-74,99	75-80,99	-	-
Cromomagnesianos	CM-40 (%MgO)	CM-50 (%MgO)	-	-	-
	35-44,99	45-54,99	-	-	-
Dolomíticos	DL-30 (%MgO)	DL-30 (%MgO)	DL-30 (%MgO)	-	-
	25-34,99	35-44,99	min.45	-	-
Aluminosos	AL-50 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AL-60 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AL-70 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AL-80 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	AL-90 (%AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
	49-55,99	56-65,99	66-75,99	76-85,99	min.86
Cromíticos	CR-30 (%Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	CR-40 (%Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	CR-50 (%Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	-	-
	25-34,99	35-44,99	min.45	-	-

Fonte: Adaptado NBR 10237 (ABNT, 2014 p. 4-8)

Uma vez que o foco do presente trabalho são as cerâmicas refratárias, esta revisão irá se concentrar nas características dos refratários silicoaluminosos e silicosos.

A demanda por refratários silicoaluminosos é crescente e sua fabricação envolve necessariamente a síntese de mulita.

Os refratários de sílica são resistentes à deformação a temperaturas elevadas, permitindo que sejam utilizados em temperaturas próximas à temperatura de fusão.

### **2.3 Propriedades dos materiais cerâmicos refratários**

As propriedades dos materiais cerâmicos refratários são abordadas no presente trabalho em três grupos: propriedades físicas, propriedades mecânicas e propriedades térmicas.

#### **2.3.1 Propriedades físicas**

##### **Densidade de massa aparente**

De acordo com a NBR ISO 5017 (ABNT, 2015), densidade de massa é a relação da massa de material seco de um corpo poroso por seu volume de massa ( $\text{g/cm}^3$  ou  $\text{kg/m}^3$ ). A densidade do refratário expressa uma medida indireta da capacidade térmica, da resistência à corrosão e da resistência mecânica do refratário (DUARTE, 2005).

##### **Porosidade aparente**

É a razão do volume total dos poros abertos em um corpo poroso por seu volume de massa. Poros abertos são aqueles que são preenchidos pelo líquido de imersão nos ensaios, de acordo com a NBR ISO 5017 (ABNT, 2015).

Esta propriedade pode influenciar outras propriedades do material refratário, como a resistência à abrasão e a resistência à compressão (RAAD, 2008).

Pascoal e Pandolfelli (2000) destacam que o aumento da porosidade resulta na diminuição da resistência mecânica, da refratariedade sob carga e da resistência à penetração por escória.

## **Distribuição Granulométrica**

A distribuição de tamanho de partículas finas, realizada por técnicas avançadas baseadas em raios X ou método laser, é muito importante na determinação de várias características, dentre elas densidade, permeabilidade, dispersão de suspensões, e outras (DUARTE, 2005).

Certas propriedades dos refratários advêm do empacotamento das partículas que os constituem, como a resistência mecânica e a porosidade. É possível obter cerâmicas mais densas e com resistência mecânica mais elevada em função do menor volume de vazios obtido com a otimização do empacotamento (SOBROSA, 2014).

### **2.3.2 Propriedades mecânicas**

Entre as principais propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos refratários destacam-se: resistência à compressão e à flexão, resistência à abrasão e erosão e tenacidade.

#### **Resistência à compressão e à flexão**

Durante o processo de aquecimento na utilização de materiais refratários, é comum o surgimento de tensões trativas ou compressivas, como consequência da dilatação do material.

A resistência mecânica à temperatura ambiente não pode ser usada diretamente para prever o comportamento do refratário, mas fornece uma tendência do grau de formação da ligação ocorrida durante o processo de fabricação. Ela indica ainda a capacidade do material de resistir ao manuseio e ao transporte, e de suportar abrasão e impacto em temperaturas ambientes (DUARTE, 2005).

De acordo com Duarte (2005), as variáveis determinantes na resistência mecânica do material são o tipo de ligação química, a temperatura de sinterização e a porosidade. A resistência à compressão é uma propriedade também relacionada à resistência à abrasão e à resistência ao impacto.

#### **Resistência à abrasão e erosão**

A resistência à abrasão e à erosão são as propriedades mecânicas que fazem com que os materiais refratários resistam ao efeito abrasivo de outros materiais, como gases ou materiais duros (SOBROSA, 2014).

Materiais que demonstram maior resistência mecânica são os materiais com maior resistência à abrasão (DUARTE, 2005).

### **Tenacidade**

A tenacidade de um material se refere à sua capacidade de absorver energia até sua fratura (CALLISTER, 2002).

Resistência mecânica e tenacidade à fratura são relacionadas por meio do tamanho dos agregados em refratários, o que mostra a importância das propriedades microestruturais dos agregados refratários na resistência (CUNHA-DUNCAN; BRADT, 2003)

### **2.3.3 Propriedades térmicas**

As propriedades térmicas de maior influência na vida útil de um cerâmico refratário são refratariedade, expansão e retração térmica e resistência ao choque térmico.

### **Refratariedade**

A refratariedade é a habilidade que o material demonstra ao resistir aos efeitos das altas temperaturas sem que atinja seu ponto de fusão (RAAD, 2008).

A refratariedade é relacionada com a composição química do material. Compostos com características refratárias demonstram elevados pontos de fusão (SOBROSA, 2014).

### **Expansão e retração térmica**

No processo de queima, devido à fusão parcial dos componentes menos refratários, inicia-se um processo de formação de fases líquidas no interior do produto. A redução da viscosidade das fases líquidas é provocada devido ao aumento de temperatura, facilitando assim o seu deslocamento para dentro dos espaços vazios entre as partículas que ainda não se fundiram, acarretando em uma diminuição do volume de poros e na retração da peça (JUNIOR, 2009).

Para Duarte (2005), durante o uso do refratário, pode haver variações em suas dimensões, geralmente pequenas, porém permanentes, através da requeima desses materiais. Ocorrem por vários fatores, como o refratário não ter sido queimado por tempo ou temperatura suficiente.

### **Resistência ao choque térmico**

A resistência ao choque térmico é a propriedade que o material refratário tem de suportar as tensões internas pelo aquecimento e resfriamento. Essas tensões podem resultar no surgimento de fissuras e trincas, interferindo na vida útil da peça. Esta propriedade está relacionada com a condutividade térmica do material. Quanto maior a condutividade térmica, menor a tensão desenvolvida no sistema em função da homogeneidade da distribuição das tensões no sistema (QUINTELA et al., 2001).

### **Influência do ciclo de sinterização**

A sinterização tem como objetivo consolidar o formato definido pelo processo de conformação. As duas principais variações sofridas pelos corpos durante a queima são a diminuição da porosidade e a retração. As características finais as mais importantes são: as dimensões, a forma, a absorção de água, o tamanho médio e a distribuição do tamanho dos poros, resistência mecânica, expansão térmica e a cor de queima (MELCHIADES; QUINTEIRO; BOSCHI, 1996).

### **Fases cristalinas após a sinterização**

Materiais sinterizados são influenciados pelas fases vítreas e cristalinas presentes. Entre as fases cristalinas, a mulita é preponderante na definição da resistência mecânica final e tenacidade das peças (BERGMANN; BRAGANÇA, 2004).

As propriedades apresentadas pela mulita são: elevada resistência mecânica, baixa condutividade térmica, baixa reatividade química, baixa expansão e excelente resistência a altas temperaturas. É importante em função de apresentar pequena variação de suas propriedades termomecânicas quando submetida a significativas variações de temperatura (PICCININI; THIM; BRUNELLI, 2006).

Em materiais cerâmicos a mulita é obtida por sinterização de materiais ricos em silicatos de alumínio (argilas caulínicas, cianita, andalusita e silimanita). Em temperaturas elevadas, a partir da liberação da sílica, que reage com a alumina calcinada, ocorre a formação da mulita (ABCERAM, 2013).

## **2.4 Produção de cerâmica refratária**

A produção da cerâmica refratária é dividida em quatro etapas: dosagem e mistura, conformação, secagem e sinterização.

### **2.4.1 Dosagem e mistura**

A variação do teor de água da mistura exerce grande influência na geração de poros, confirmando a importância de uma boa dosagem granulométrica, com inserção de finos, para melhorar as condições de fluidez e empacotamento do material, além da redução da porosidade e permeabilidade para situações onde seja necessária baixa absorção (RAAD, 2008)

As forças superficiais de van der Waals favorecem a formação de aglomerados entre as partículas. Grande parte desses aglomerados possuem estruturas ocas e porosas, o que aumenta de forma prejudicial a porosidade dos corpos conformados e pode levar à redução significativa da resistência mecânica. A obtenção de produtos cerâmicos com microestrutura homogênea e alta resistência mecânica requer a eliminação dos aglomerados entre as partículas, que pode ser efetuado introduzindo-se as partículas em um meio líquido (OLIVEIRA et al., 2000).

### **2.4.2 Conformação**

A conformação é a etapa do processamento que dá forma ao material. Os dois principais métodos são extrusão e prensagem. A extrusão consiste na passagem forçada de uma massa cerâmica por saída com determinado formato.

A prensagem é a compressão do pó cerâmico dentro de uma cavidade por pistão ou punção. Inicialmente ocorrem a redução do volume ocupado pelos poros intergranulares e a reordenação dos grânulos. Posteriormente, ocorre a redução do volume e tamanho dos espaços intergranulares por deformação plástica associada com o esmagamento de grânulos ocos. Finalmente, ocorre a diminuição de volume e tamanho dos poros intragranulares pelo deslizamento e reordenação das partículas, resultando em um empacotamento mais denso (AMORÓS, 2000b).

O comportamento da massa depende consideravelmente do teor de umidade dos aglomerados na prensagem, uma vez que a água atua como plastificante dos minerais

argilosos. Para cada pressão de prensagem, existe um teor de umidade da massa que resulta em um valor máximo do grau de avanço da compactação, e, assim, em uma máxima compacidade da peça (AMORÓS, 2001).

### **2.4.3 Secagem**

Para retirar certo percentual de água adicionado para auxiliar na operação de conformação, é realizada a secagem. Conforme a secagem avança, a separação entre as partículas diminui, e isso é manifestado através da contração (STOCHERO, 2015).

O processo de secagem pode ser natural (diretamente ao sol) ou artificial. Indústrias utilizam a secagem artificial realizada em estufas com temperaturas controladas, em média de 110° C, por 24 horas (DUTRA, 2007).

Durante a secagem, podem surgir defeitos no material durante a saída de água contida em sua estrutura. Se a taxa de evaporação for maior que a taxa de difusão das moléculas, a superfície irá secar mais rapidamente do que o interior, com grande probabilidade de ocorrer defeitos como trincas e rachaduras (ISAAC et al., 2004).

Outro defeito comum na etapa de secagem é o empenamento. Ocorre quando a placa apoiada sobre uma das faces perde água pela parte superior e pelas laterais, mas não pela parte apoiada. Esse processo promoverá uma retração maior nos cantos, o que ocasionará o levantamento dessas áreas, e eventualmente aparecerão trincas típicas no centro dos lados (OLIVEIRA; SILVA; FREITAS, 2010).

### **2.4.4 Sinterização**

Posteriormente à secagem, em geral os produtos cerâmicos necessitam ser sinterizados (queimados), para obter as propriedades e microestruturas almejadas, as quais incluem formação de uma massa coerente, redução da área específica total e aumento da resistência (STOCHERO, 2015).

A sinterização pode ser descrita como um processo no qual pós, compactados ou não, são tratados termicamente, em temperaturas próximas de sua temperatura de fusão (sinterização por fase sólida), modificando a microestrutura desse material. Basicamente ocorre a conversão de partículas pequenas em partículas maiores. A

Tabela 3 apresenta as principais transformações que ocorrem no material cerâmico quando submetido à sinterização.

Tabela 3 - Principais transformações ocorridas durante a sinterização

<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Transformação</b>
Até 150	Eliminação da água livre
150-250	Eliminação da água absorvida
350-650	Eliminação de água estrutural
400-600	Decomposição dos compostos orgânicos
573	Transformação do quartzo $\alpha$ em quartzo $\beta$
700-900	Início da fusão dos álcalis e óxidos de ferro
1000	Início da fusão dos CaO e FeO, com formação de silicatos
Até 1200	Formação da fase vítrea com redução de tamanho de poros

Fonte: Dutra (2007)

## 2.5 Matérias-primas alternativas

### 2.5.1 Cinza da casca do arroz

O cultivo do arroz é a principal atividade e fonte de renda para milhões de famílias ao redor do mundo. Em 2008 sua produção atingiu 661 milhões de toneladas. Durante a moagem do arroz, cerca de 80% do peso se apresentam na forma de arroz, arroz partido e farelo, enquanto que os restantes 20% constituem a casca (CA). Consequentemente, em 2008, a produção mundial de arroz gerou 132 milhões de toneladas de CA (ANDREOLA et al., 2013).

A utilização de fontes alternativas de energia, em particular a biomassa, colabora na oferta de energia do sistema interligado do país. Existem várias formas de conversão da biomassa em energia; as mais utilizadas são: combustão direta, gaseificação e pirólise.

A geração de energia através da queima da CA é uma alternativa viável do ponto de vista tecnológico, econômico e ecológico (FOLLETO et al., 2005).

A queima da CA, com ou sem controle de temperatura, gera como subproduto a cinza da casca de arroz (CCA), que apresenta uma composição química com teor de sílica entre 74 e 97% (SILVA, 2004).

As cinzas obtidas durante a combustão da casca do arroz se apresentam nas formas estruturais, amorfa, cristalina ou amorfo-cristalina, dependendo do tipo de queima (grelha, leite fluidizado), temperatura de queima e tempo de exposição durante o processo (POUEY, 2006).

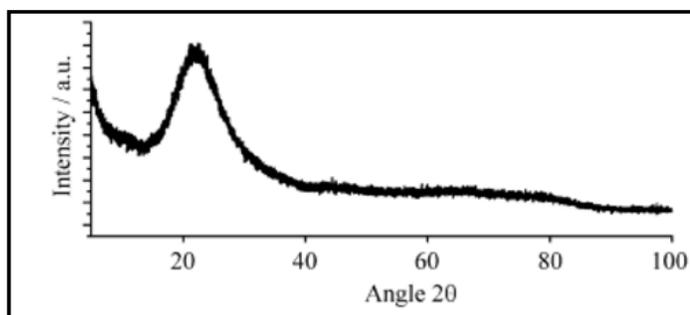
Diferentes estudos mostraram a eficiência na utilização de sílica de casca de arroz (SCA) como precursor de sílica, especialmente para produzir materiais cerâmicos. Prasad et al. (2001) investigaram o efeito da substituição de quartzo em cerâmica branca, e descobriram que a SCA resultou em uma redução da temperatura de maturação e um aumento na força. Andreola et al. (2012) avaliaram o uso de SCA para a síntese de pigmentos cerâmicos. Eles encontraram pigmentos mais estáveis e maior intensidade para a cor vermelha, quando comparados aos pigmentos de quartzo puro, enquanto que Andreola et al. (2013) relataram que as vidro-cerâmicas produzidas com SCA apresentam valores de resistência à flexão e maior dureza Mohs quando comparadas com vidro-cerâmica comercial.

A (SCA), no estado amorfo, é resultado da queima controlada, com temperatura inferior a  $800^{\circ}\text{C}$ , resultando dessa forma em uma alta reatividade. Nestas condições, suas principais propriedades são a baixa condutividade térmica e elevada resistência ao choque térmico (POUEY, 2006).

Quando queimada a temperaturas mais elevadas, identifica-se o surgimento de fases cristalinas na estrutura morfológica, diminuindo a reatividade com outros componentes, não sendo adequada para utilização em materiais de construção civil (CORDEIRO, 2006).

O difratograma de raios X, da Figura 1, apresenta um pico largo e difuso na região entre 20 e 40 graus, relacionado ao estado amorfo da SCA (SOUZA et al., 2000).

Figura 1 - Difratograma de raios X da sílica obtida a  $700^{\circ}\text{C}$



Fonte: Souza et al. (2000, p.27)

Segundo Pouey (2006) e Weber (2001), um fator que influencia as propriedades da SCA é a moagem. À medida que o tempo de moagem aumenta, também aumentam a reatividade e a pozolanicidade do material, em virtude da redução do tamanho da partícula e do aumento da área específica superficial.

A partir coloração da cinza é possível realizar uma avaliação prévia dos fatores de queima empregados no processo. A cinza branca origina-se em temperaturas maiores, sendo

basicamente formada por sílica, enquanto que a cinza preta é formada em temperaturas baixas, contendo quantidades significativas de material orgânico (FOLLETO et al., 2005).

Della et al. (2000) encontraram um percentual de 96,65% de  $\text{SiO}_2$  na SCA, além de impurezas em quantidades inferiores a 1%:  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  e  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Dentre os óxidos detectados,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  e  $\text{P}_2\text{O}_5$  são considerados fundentes e formadores de fase vítrea, uma vez que tendem a baixar o ponto de fusão e por isto são indesejáveis em materiais refratários.

Em concretos a adição da SCA aumenta a resistência à compressão, devido a uma densificação da matriz e da interface matriz-agregado, além de diminuir a permeabilidade, pelo fechamento dos vazios do concreto e um refinamento da estrutura dos poros. Essa redução na permeabilidade aumenta a durabilidade aos concretos (KUNTZ, 2006).

O uso da SCA na fabricação de materiais refratários à base de sílica é umas das maiores potencialidades da mesma. O alto ponto de fusão, a baixa densidade picnométrica (mais leves, ou seja, mais porosas que a sílica vítrea) e a alta porosidade, aliados à grande disponibilidade e ao baixo custo da cinza, são indicativos de um material em potencial para a fabricação de tijolos refratários como os necessários em fornos siderúrgicos (DELLA et al., 2000).

A Mulita ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) é um alumino-silicato que raramente ocorre na natureza como mineral, uma vez que necessita de temperaturas extremamente elevadas para se formar. É um bom isolante térmico e elétrico, até mesmo em altas temperaturas, e também muito resistente em ambientes corrosivos. Em resumo, a mulita é um ingrediente-chave em muitos produtos cerâmicos refratários e depende diretamente da sílica presente no material (SOUZA, 2000).

As resistências à compressão e à tração nas cerâmicas aumentam com a adição de CCA. Essa melhora nas propriedades mecânicas é atribuída à formação das fases da cerâmica, isto é, a mulita e cristobalita (ALI et al., 2017). Fernandes (2014) concluiu que o ganho de resistência à compressão está relacionado à baixa porosidade obtida nos refratários com adição de SCA.

Jamo e Maharaz (2015) estudaram a fabricação de porcelanas sinterizadas à temperatura de  $1200^\circ\text{C}$  com adição de cinza de casca de arroz entre 10 a 90%. Em porcentagens de 10 a 40% houve uma diminuição da porosidade, aumento da densidade e aumento da resistência à compressão, acima dessa porcentagem (50 a 90%) a porosidade começa a aumentar e a densidade a diminuir, resultando em uma menor resistência à compressão. Constataram que densificação é geralmente obtida através do rearranjo das partículas e que o aumento da resistência ocorre devido ao encravamento de agulhas de mulita. Os melhores resultados foram obtidos com a adição de 40% de CCA.

Fernandes (2014) comparou a formação de mulita “*in situ*” a partir de combinação de alumina calcinada ultrafina ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), com quatro tipos de sílicas amorfas sintéticas obtidas por diferentes processos de sínteses (precipitação de silicato de sódio, extração da cinza da casca de arroz, extração da casca de arroz e precipitação de vapor de silício elementar) e com características variadas. As sílicas foram misturadas com aluminas, compactadas e sinterizadas. Utilizando temperaturas superiores a  $1100^\circ\text{C}$ , os picos de cristobalita tendem a desaparecer e outros como a mulita se tornam mais intensos. A mistura com sílica extraída da casca de arroz foi a que obteve maior ganho de resistência à flexão, módulo de elasticidade e menor porosidade.

Sobrosa (2014) constatou que, conforme se aumenta a substituição de argila caulim por SCA, em percentuais de 5%, 10% e 20%, ocorre um melhor empacotamento da mistura, melhorando as propriedades mecânicas e diminuindo a absorção de água. Contudo, a mistura com 20% de SCA apresentou-se mais frágil no ensaio de choque térmico. A resistência ao choque térmico é explicada pela existência de maior porosidade, ou seja, de defeitos micro estruturais nas amostras contendo somente argila com 5% e 10% de substituição por SCA, que potencializam o surgimento de tensões internas e a propagação de trincas. Enquanto que na mistura com 20% de sílica esta porosidade é menor e conseqüentemente a propagação de trincas também é menor.

Wang e Jiand (2011), em sua pesquisa, confirmam que a porosidade elevada pode diminuir o dano de choque térmico e deve ser considerada em projetos para refratário. Assim, quanto mais poroso o material, maior sua capacidade de resistir ao choque térmico.

Uma vez que em materiais refratários a utilização da SCA em percentuais elevados reduz a resistência ao choque térmico, faz-se necessária a utilização de outro material em conjunto com a SCA, de forma a melhorar a resistência ao choque térmico. Nesta pesquisa foi utilizada fibra de aço.

Assim, percebe-se a necessidade do uso de outra matéria-prima com a finalidade de melhorar a resistência ao choque térmico das cerâmicas fabricadas com o uso de SCA.

### **2.5.2 Fibra de aço**

As fibras são empregadas para melhorar o desempenho à tração de matrizes frágeis, agindo como pontes de transferência de tensões, minimizando a concentração de tensões nas extremidades das fissuras (GARCEZ, 2005).

Existem diversos tipos de fibras disponíveis no mercado para o uso comercial, classificadas como naturais, metálicas ou sintéticas, podendo ou não ter alguma intervenção química para melhoria de suas propriedades (JUNIOR; ROCHA, 2011).

Pemberton (2011) menciona várias tentativas de introduzir partículas ou constituintes em camadas na cerâmica, mas o melhor resultado em termos de aumento da ductilidade foi através da incorporação de fibras metálicas.

Quando adicionadas fibras com resistência e módulo de elasticidade adequado e em teor apropriado, materiais refratários deixam de ter a característica marcante de frágil. Isso acontece pelo fato de a fibra servir como ponte de transferências de tensões pelas fissuras. Assim, ocorre grande redução na velocidade de propagação das trincas e o compósito passa a ter comportamento pseudo-dúctil ou não frágil (FIGUEIREDO, 2011).

A adição de fibras de aço, além do controle da fissuração, proporciona um aumento da resistência à fadiga, impacto e abrasão, assim como incrementos na tenacidade e na ductilidade do material. Estas melhorias são dependentes do tipo, das características e do arranjo espacial das fibras utilizadas (RAMBO, 2012).

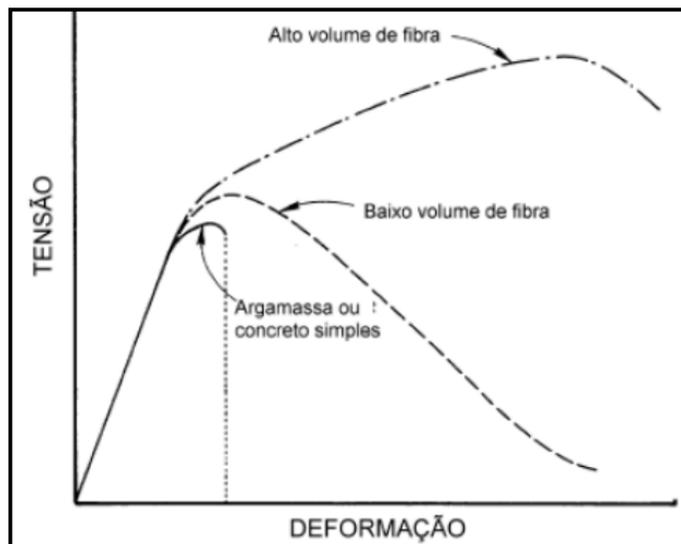
Um dos principais parâmetros de caracterização de uma fibra é o fator de forma; o mesmo é definido como a relação entre o comprimento da fibra e o diâmetro de uma circunferência virtual cuja área seria equivalente à seção transversal da fibra (GARCEZ, 2005). Segundo Bentur e Mindess (2007), quanto maior o fator de forma, maior será a tenacidade do material.

As fibras de aço utilizadas no reforço de compósitos possuem comprimentos variando entre 12,7 mm e 63,5 mm e fator de forma entre 30 e 100. O comprimento das fibras deve ser, no mínimo, igual ao dobro da dimensão máxima característica do agregado graúdo, para que ocorra compatibilidade dimensional entre as fibras e o agregado (GÓIS, 2010).

O uso de fibras longas assegura maior capacidade de reforço para grandes níveis de abertura de fissura, pois possuem maior comprimento de embutido (FIGUEIREDO, 2011). A utilização de fibras curtas tem, como grande benefício, a melhora da trabalhabilidade em relação às fibras longas, mantendo a capacidade de aumentar a tenacidade do revestimento refratário (MEDEIROS, 2012).

A adição de fibras pode alterar o gráfico tensão-deformação em argamassa ou concretos, conforme a Figura 2.

Figura 2 - Curva Tensão de Tração x Deformação em função do volume de fibras



Fonte: Adaptado Bentur e Mindess (2007)

É possível observar que a utilização de baixos teores de fibra resulta em mudanças no comportamento plástico e na tenacidade do compósito, demonstrado pelo alongamento da curva tensão x deformação. A utilização de altos volumes de fibra gera mudanças significativas no comportamento estrutural do material no estágio pré-fissuração (GARCEZ, 2005).

Góis (2010) constata que existe um volume crítico de fibras. Quando o volume de fibras está abaixo do volume crítico, no momento em que ocorrer a ruptura da matriz, haverá uma queda na carga que o material tem capacidade de suportar, enquanto que um volume de fibras igual ao volume crítico significa que o teor de fibras mantém a mesma capacidade de carga a partir da ruptura da matriz. Quando ocorre adição de fibras acima do volume crítico, o compósito continua aceitando níveis de carregamentos crescentes, mesmo após a ruptura da matriz.

Rambo (2012) utilizou em seu estudo dois tipos de fibras de aço (lisa e com ganchos nas extremidades) em diferentes frações volumétricas. A utilização do reforço fibroso nas frações volumétricas de 1,0% e 1,5% resultou em acréscimos aos valores de tração direta, tanto para a tensão de primeira fissura, quanto para a tensão última e módulo de elasticidade.

Medeiros (2012) estudou a adição de fibras em concreto refratário para aplicação em fluência livre (auto adensáveis), e concluiu que a adições de fibras acima de 6% em massa resulta em melhoras nas propriedades mecânicas, porém ocorre significativa perda na trabalhabilidade.

Almeida (2009) investigou a influência do reforço fibroso para o desenvolvimento de refratários com maior vida útil. Foram utilizadas frações volumétricas de fibras de aço de 0,60%, 1,20% e 1,80%. No ensaio de choque térmico, as aberturas de fissura aumentaram conforme o número de ciclos de variação de temperatura crescia. No primeiro ciclo, os concretos com teores de fibra de aço de 0,60%, 1,20% e 1,80% tornaram as larguras médias das fissuras, respectivamente, 67%, 20% e 11% menores do que as do concreto sem fibra. Após dez ciclos, essas reduções respectivas foram de 56%, 20% e 20%. Por fim, depois de vinte ciclos de variação de temperatura, as reduções foram de 43%, 15% e 16%, respectivamente.

Garbelotto e Junior (2014) avaliaram o comportamento de um compósito formado por massa cerâmica de porcelanato como matriz e reforço de fibras de aço. Avaliaram o comportamento mecânico de corpos de prova sem fibras e com a inserção de 5, 10 e 15 fibras de aço. Após interpretação dos resultados, constataram que o material compósito proporcionou melhores resultados quanto à deformação pirolástica (medida da curvatura formada em um corpo de prova queimado sobre dois suportes refratários, separados por uma distância determinada) e quanto à resistência ao impacto.

Stochero (2015) estudou a viabilidade da utilização da SCA e de fibras de aço com comprimento de 6mm em cerâmica refratária. Houve a substituição de 20% da argila por sílica e utilização de percentuais de 3, 6 e 9% de fibra de aço no compósito. O uso de fibras metálicas resultou em um melhor desempenho ao choque térmico (compósitos com 3 e 6% de fibra) e melhor ductibilidade (para compósitos com de 9%).

No presente trabalho, como recomendado por Stochero (2015), foi utilizada uma fibra de maior comprimento, em torno de 14 mm, buscando atingir o volume crítico. Figueiredo (2011) afirma que quanto maior o comprimento da fibra, maior será o embutimento e, por consequência, maior a capacidade de resistir pós-fissuração. Entretanto, a utilização de elevados comprimentos resulta em inconvenientes como: dificuldade à mobilidade da mistura e o risco de a fibra se romper no momento em que a fissura surge (quando se ultrapassa o volume crítico), reduzindo a resistência residual, que é uma das principais contribuições das fibras.

O estado da arte na área de cerâmicas demonstra o grande potencial do uso de SCA na fabricação de material cerâmico refratário. No presente trabalho espera-se que, com o uso de SCA, obtenha-se um ganho nas propriedades mecânicas e que o uso de fibras metálicas contribua para a melhora da ductibilidade e choque térmico de materiais cerâmicos.

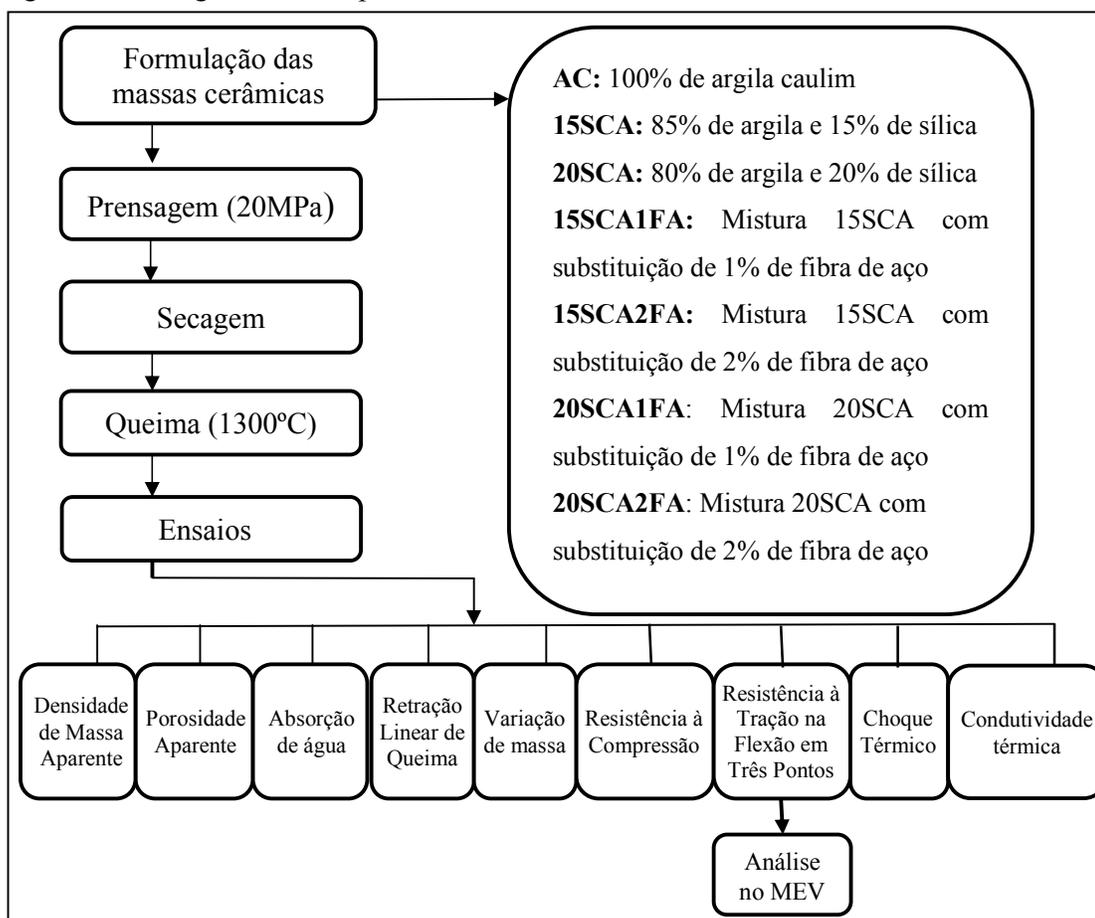
### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo descreve a metodologia empregada na produção da cerâmica refratária, bem como os ensaios físicos, mecânicos e termomecânicos realizados.

Foi investigada a substituição em volume de argila caulim (AC) por sílica da casca de arroz (SCA) e fibras de aço. Utilizando-se percentuais de 15 e 20% de sílica e 1 e 2% de fibras.

O fluxograma abaixo (Figura 3) apresenta, esquematicamente, o procedimento experimental adotado para o desenvolvimento deste trabalho.

Figura 3 - Fluxograma das etapas



Fonte: Própria autora

#### 3.1 Matérias-primas

As matérias-primas utilizadas nesta pesquisa foram: argila caulim, sílica da casca do arroz e fibras de aço.

### 3.1.1 Argila caulim

Foi utilizada a argila caulim (Figura 4) originária de Vargem Grande do Sul/SP, adquirida junto à empresa Helager Indústria e Comércio Ltda.

Figura 4 - Argila Caulim



Fonte: Própria Autora

Esse tipo de argila foi selecionado devido à pequena concentração de óxido de ferro, o que favorece a refratariedade, podendo ser empregada em materiais refratários.

A composição química (Tabela 4) foi obtida pelo método de espectrometria de fluorescência de raios X.

Tabela 4 - Composição química da argila caulim

Elemento	Porcentagem em massa
SiO <sub>2</sub>	57,83
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	27,52
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,25
TiO <sub>2</sub>	0,38
CaO	0,13
MgO	0,36
Na <sub>2</sub> O	< 0,001
K <sub>2</sub> O	1,87
MnO	< 0,01
Perda ao fogo	8,63

Fonte: Helager Indústria e Comércio Ltda.

### 3.1.2 Sílica da casca do arroz

A sílica da casca do arroz (SCA) foi doada pela Sílica Verde do Arroz Ltda. (Figura 5). A sílica produzida por esta empresa é comercializada pelo Grupo Pilleco Nobre com o nome comercial de Sílica Nobre.

Figura 5 - Sílica da casca do arroz



Fonte: Própria Autora

A sílica é obtida como resultado do processo de combustão da casca de arroz em leito fluidizado com controle de temperatura (abaixo de 780° C), que permite a extração da sílica com estrutura amorfa. A Tabela 5 apresenta a composição da sílica utilizada.

Tabela 5 - Composição química da SCA

Elemento	Porcentagem em massa
SiO <sub>2</sub>	91,480
CaO	0,360
MgO	0,320
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,050
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ND*
K <sub>2</sub> O	1,400
TiO <sub>2</sub>	0,003
MnO	0,320
SO <sub>3</sub>	0,150
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,450
Perda ao fogo	3,500

Fonte: SVA – Sílica Verde do Arroz Ltda

### 3.1.3 Fibra de aço

As fibras de aço (Figura 6) foram adquiridas junto à empresa Astra Fibras Metálicas, localizada na cidade de Itatiba, Estado de São Paulo. As fibras são produzidas com aço inox pelo processo de trefilação a frio. Fibras de aço inox suportam altas temperaturas sem oxidar, resultando em maior vida útil para o material.

Figura 6 - Fibras de aço



Fonte: Própria Autora

A Tabela 6 apresenta a composição química das fibras de aço.

Tabela 6 - Composição química da fibra de aço inox

<b>Elemento</b>	<b>%</b>
Fe	80,32
C	0,15
P	0,03
Mn	1,00
Si	1,50
Cr	17,00

Fonte: Astra Fibras Metálicas

A Tabela 7 descreve as características geométricas, resistência à tração e o ponto de fusão das fibras.

Tabela 7 - Características da fibra de aço

Características	Fibra de aço
Comprimento (mm)	14,0
Diâmetro (mm)	0,5
Fator de forma (l/d)	28,0
Resistência à tração a 870°C (MPa)	46,9
Faixa do ponto de fusão (°C)	1425 – 1510

Fonte: Astra Fibras Metálicas

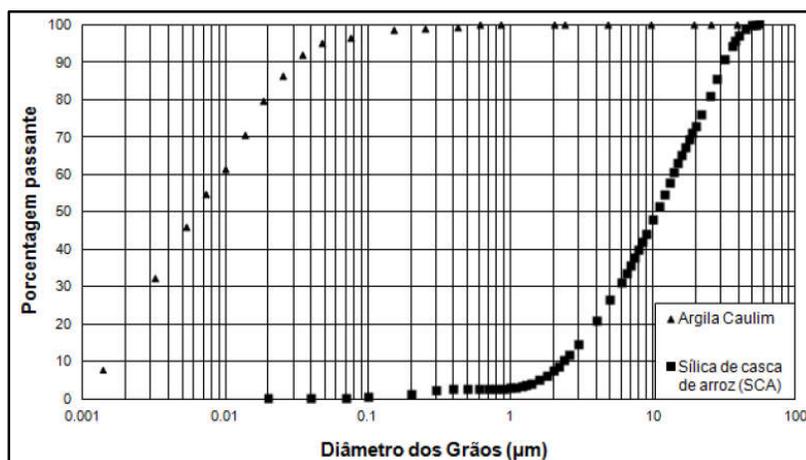
### 3.1.4 Caracterização das matérias-primas

As matérias-primas foram caracterizadas quanto à granulometria e sua mineralogia.

#### Granulometria

A Figura 7 apresenta a curva granulométrica para a SCA e AC obtida por Sobrosa (2014), considerando que as matérias-primas são do mesmo lote.

Figura 7 - Curva granulométrica da SCA e da argila caulim

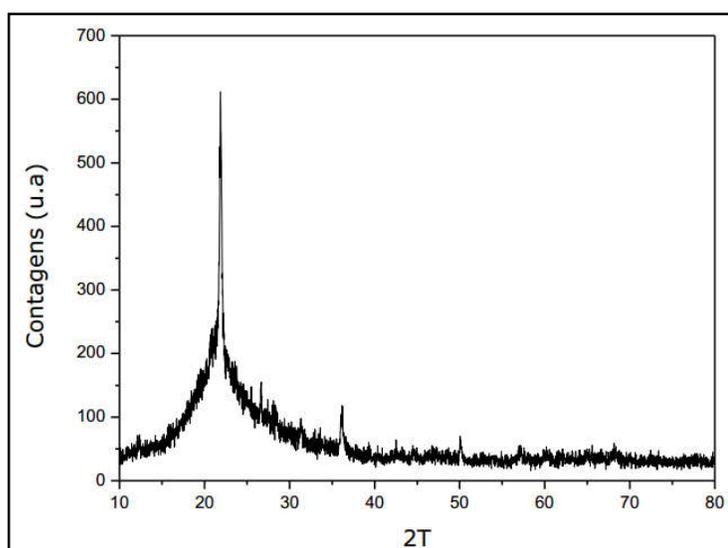


Fonte: Sobrosa, (2014)

## Difração de raios X das matérias-primas

O método de XRD foi empregado por Stochero (2015) para a análise da mineralogia da SCA (Figura 8), destacando-se que no presente trabalho foi utilizada a SCA do mesmo lote. A difração indica uma estrutura amorfo-cristalina. O pico alongado próximo a 20° indica a presença de sílica cristalina, enquanto que a base larga e difusa indica a presença de sílica amorfa.

Figura 8 - Espectro de difração de raios X da SCA



Fonte: Stochero, (2015)

O método também foi empregado em todas as amostras antes e após a queima. O equipamento utilizado foi um Difratômetro  $\theta 2\theta$  marca Rigaku modelo Ultima IV com geometria Bragg Brentano, que encontra-se no laboratório de física da Unipampa– Campus Bagé.

### 3.2 Produção das amostras cerâmicas refratárias

Foram preparadas sete formulações de cerâmica refratária. A primeira formulação com 100% de argila caulim, a segunda com 85% de argila caulim e 15% de sílica, a terceira com 80% de argila caulim e 20% de sílica. Na quarta, quinta, sexta e sétima formulações foram realizadas substituições da segunda e terceira misturas pelas fibras de aço em teores volumétricos de 1% e 2%. A Tabela 8 apresenta a nomenclatura utilizada para as amostras.

Tabela 8 - Nomenclatura das cerâmicas refratárias

Nomenclatura	Cerâmica Refratária
AC	100% de argila caulim
15SCA	85% de argila caulim e 15% de sílica
20SCA	80% de argila caulim e 20% de sílica
15SCA1FA	Mistura 15SCA com substituição de 1% de fibra de aço
15SCA2FA	Mistura 15SCA com substituição de 2% de fibra de aço
20SCA1FA	Mistura 20SCA com substituição de 1% de fibra de aço
20SCA2FA	Mistura 20SCA com substituição de 2% de fibra de aço

Fonte: Própria Autora

O teor de SCA foi determinado com base na pesquisa realizada por Sobrosa (2014). Em sua pesquisa o autor substituiu 5%, 10% e 20% de argila por SCA, e relatou que a mistura com 10% de substituição apresentou aumento da resistência mecânica, sem diminuir sua resistência ao choque térmico, enquanto que a mistura com 20% de SCA apresentou melhor resistência mecânica, entretanto com menor resistência ao choque térmico.

No presente trabalho foi utilizada a substituição de 20% de SCA, que foi a composição que resultou na melhor resistência mecânica do trabalho de Sobrosa (2014). Além disso, também foi testada a substituição de 15% de SCA, valor intermediário entre 10% e 20% de SCA testado por Sobrosa (2014).

### 3.2.1 Preparação das matérias-primas

Nesta etapa as misturas foram preparadas para o preenchimento dos moldes. As matérias-primas foram misturadas em um saco plástico para a sua completa homogeneização. Posteriormente foram levadas para um misturador do tipo planetário para adição de água. Foi realizado um pré-teste para determinar qual o melhor teor de umidade com a adição 10% ou 12% de água, tendo sido utilizado 12%, levando em consideração que apresentou melhor aparência e trabalhabilidade ao manusear os corpos de prova antes da queima.

### 3.2.2 Prensagem dos corpos de prova

Os corpos de prova foram compactados através de uma matriz macho-fêmea (Figura 9), que possui a capacidade de produzir três amostras a cada prensagem. Cada molde tem dimensão de 150 mm de comprimento, 30 mm de largura e 50 mm de espessura.

Figura 9 - Matriz macho-fêmea



Fonte: Própria autora

A prensagem foi realizado na prensa EMIC, que possui uma capacidade de carga de 200 kN. A compactação foi realizada por prensagem uniaxial com ação única do travessão. Este procedimento ocorreu no laboratório de Engenharia Civil da Unipampa, Campus Alegrete.

Souza (2008) afirma que, para uma pressão de compactação de 20 MPa, já é possível obter um material denso, através da diminuição de volumes dos poros e pelo deslizamento e reordenação das partículas.

Devido à prensa apresentar uma capacidade máxima de 200 kN e pelos estudos obtidos, a pressão utilizada foi de 20MPa, que corresponde a uma força de 180 kN para duas cavidades do molde, com velocidade de 0,2 mm/minutos, até atingir a carga de 180 kN.

### 3.2.3 Extração dos corpos de prova

Após a etapa de compactação, foi realizada a extração do material, onde a matriz fêmea é suspensa nas suas laterais e, posteriormente, a matriz macho é movimentada por meio do

travessão da máquina, procedendo então à extração das amostras. Faz-se necessária a utilização de um tecido para absorver o impacto dos corpos de prova na queda, evitando assim o surgimento de pequenas rachaduras.

### 3.2.4 Secagem e sinterização

Após a prensagem, os corpos de prova foram medidos, pesados e colocados dentro de uma câmara climática desligada, para evitar a perda de umidade acelerada, de modo a se evitar defeitos e imperfeições, como o aparecimento de trincas e rachaduras nas peças.

O processo inicial de secagem foi realizado durante 20 dias para eliminar a água de forma lenta e gradual. Após a secagem inicial, o material foi colocado em estufa na temperatura de  $105 \pm 10^\circ \text{C}$  pelo período de 24 horas. Posteriormente, os corpos de prova foram sinterizados em temperatura de  $1300^\circ \text{C}$ . Esta temperatura é recomendada por Pereira et al. (2002), para se obter menor porosidade, maior módulo de ruptura, e elevado grau de multização no material. A sinterização foi realizada em forno de queima para cerâmica da marca INTI e modelo FRQ 1300/3, com capacidade de aquecimento até  $1350^\circ \text{C}$  (Figura 10). O ensaio foi realizado no laboratório de Química da Unipampa, campus Alegrete.

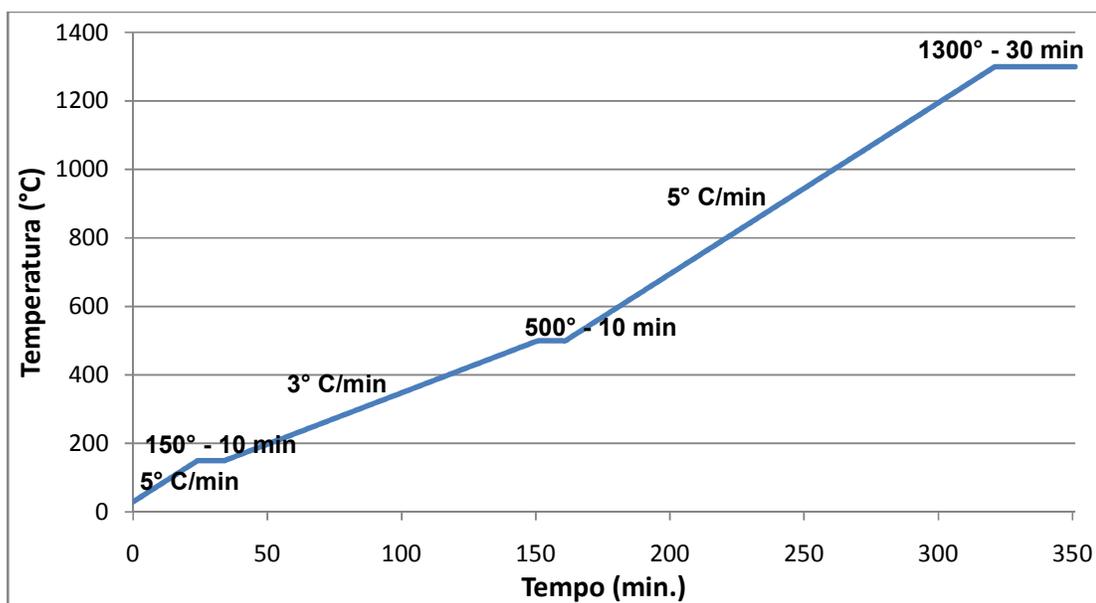
Figura 10 - Forno de queima para cerâmica



Fonte: Própria autora

Utilizou-se uma rampa de aquecimento com três patamares (Figura 11), com base na pesquisa realizada por Pereira et al. (2002). No primeiro patamar foi adotada uma taxa de aquecimento de 5° C/min. até a temperatura de 150°C, onde a amostra permaneceu por 10 min. para eliminação da umidade superficial. Após, foi utilizada a taxa de aquecimento de 3° C/min. até a temperatura de 500°C, onde permaneceu por 10 minutos para eliminação dos gases originados da combustão e reações químicas do material. Posteriormente foi utilizada a taxa de aquecimento de 5° C/min. até a temperatura de 1300°C, permanecendo nesse patamar por 30 minutos. O resfriamento foi feito de forma natural dentro do forno, após o seu desligamento.

Figura 11 - Rampa de aquecimento durante a queima



Fonte: Própria autora

Bragança e Bergmann (2004) sugerem que a temperatura de queima de 1300°C resulta em um material com menor porosidade e maior módulo de ruptura, assim como elevado grau de multitzização.

### 3.3 Ensaios nas cerâmicas refratárias

Foram realizados ensaios físicos, ensaios mecânicos e termomecânicos, para caracterização dos corpos de provas.

### 3.3.1 Ensaios físicos

Após a queima das amostras, os corpos de prova foram analisados quanto à densidade de massa, porosidade aparente, absorção de água, retração linear de queima e variação de massa.

#### Densidade de massa

A análise foi realizada conforme a NBR ISO 5017 (ABNT, 2015), segundo a Equação (1).

$$DM = \frac{MS}{ME - MI} \times \rho_{liq} \quad \dots(1)$$

Onde:

DM – densidade de massa aparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ );

MS – massa do corpo de prova seco (g);

ME – Massa do corpo de prova encharcado (g);

MI – Massa do corpo de prova imerso (g);

$\rho_{liq}$  – Densidade do líquido de imersão ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

Para realizar o ensaio de densidade de massa e os ensaios porosidade aparente e absorção de água, foi utilizada estufa para secagem do material, balança com precisão de 0,01 g, balança hidrostática, béquer, equipamento de vácuo, e dessecador. Nestes ensaios foram utilizados três corpos de prova para cada mistura. A Figura 12 ilustra a realização do ensaio.

Figura 12 - Ensaio de absorção de água, porosidade aparente e densidade de massa



Fonte: Própria Autora

### **Porosidade aparente**

A porosidade aparente indica a porcentagem entre o volume de poros abertos do corpo de prova em relação ao seu volume total, e foi calculada conforme a NBR ISO 5017 (ABNT, 2015) pela Equação (2).

$$PA (\%) = \frac{(ME-MS)}{(ME-MI)} \times 100 \quad \dots(2)$$

Onde:

*PA* – porosidade aparente (%);

*ME* – massa do corpo de prova encharcado (g);

*MS* – massa do corpo de prova seco (g);

*MI* – massa do corpo de prova imerso(g).

### **Absorção de água**

Indica a quantidade de água em porcentagem que o corpo de prova absorve após a queima, conforme a Equação (3).

$$AA (\%) = \frac{Pu-Ps}{Ps} \times 100 \quad \dots(3)$$

Onde:

*AA* – absorção de água (%);

*Pu* – peso do corpo saturado (g);

*Ps* – peso do corpo de prova seco (g).

### **Retração linear de queima e variação de massa**

Após a sinterização foram investigadas a retração e a variação de massa, ocasionadas pela perda de água existente nos corpos de prova. Para cada um desses ensaios foram utilizados cinco corpos de prova.

A retração linear pode ser calculada através da Equação (4), utilizando um paquímetro digital com resolução de 0,05 mm para aferir as medidas.

$$RLQ (\%) = \frac{C_o - C_f}{C_o} \times 100 \quad \dots(4)$$

Onde:

$RLQ$  – retração linear de queima (%);

$C_o$  – comprimento inicial (cm);

$C_f$  – comprimento final (cm).

A variação de massa é calculada através da Equação (5), sendo necessária a utilização de balança com precisão de 0,01 g.

$$VM (\%) = \frac{M_o - M_f}{M_o} \times 100 \quad \dots(5)$$

Onde:

$VM$  – Variação de massa (%);

$M_o$  – Massa inicial (g);

$M_f$  – Massa final (g).

### 3.3.2 Ensaios mecânicos e termomecânicos

Foram realizados ensaios mecânicos de resistência à compressão e à tração na flexão em três pontos. Os ensaios termomecânicos realizados foram de resistência ao choque térmico e condutividade térmica.

#### Resistência à compressão

Este ensaio foi realizado seguindo as orientações da NBR 10059-2 (ABNT, 2014). A resistência à compressão à temperatura ambiente (RCTA) foi determinada através da equação (6).

$$\sigma_c = \frac{P}{A} \quad \dots(6)$$

Onde:

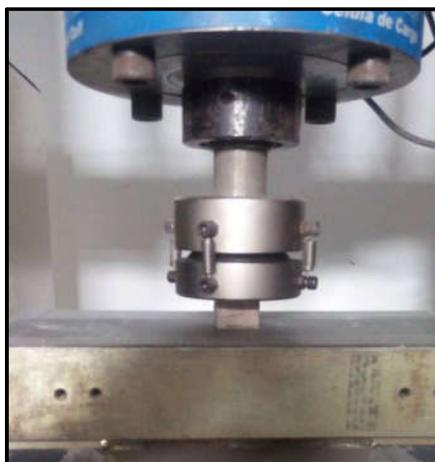
$\sigma_c$  – Resistência à compressão à temperatura ambiente (MPa);

P– Carga atingida no momento da ruptura (N);

A– Área da seção transversal (mm<sup>2</sup>).

O ensaio foi realizado com a prensa EMIC (Figura 13) com capacidade de carga de 200 kN, com velocidade de 0,2 mm/min.

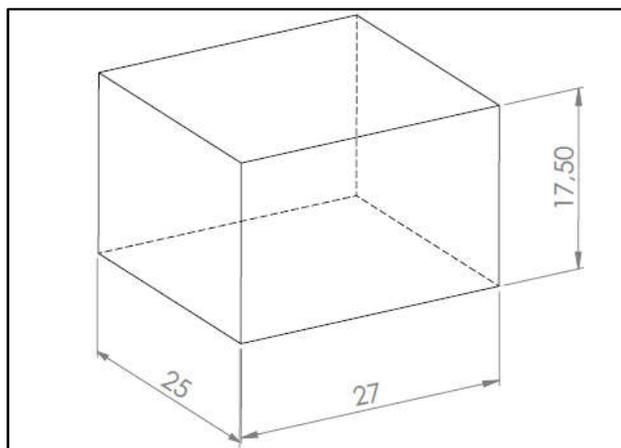
Figura 13 - Instrumentação do ensaio de resistência à compressão



Fonte: Própria autora

Neste ensaio foram utilizados três corpos de prova para cada mistura. As dimensões dos corpos de prova estão apresentadas na Figura 14.

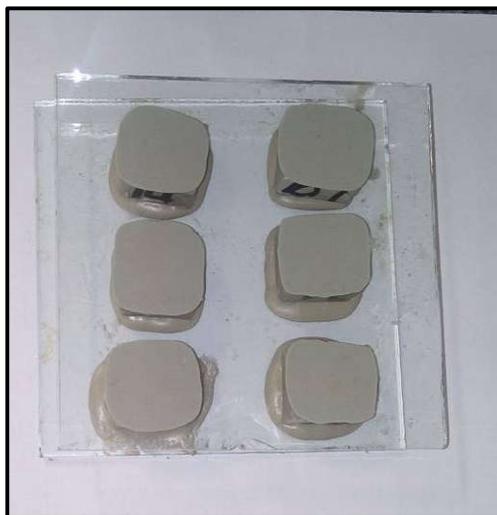
Figura 14 - Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de compressão (mm)



Fonte: Própria autora

É importante salientar que os corpos de prova foram previamente capeados com cola Epóxi Sikadur 32 (Figura 15), nas duas faces, para o nivelamento da superfície, evitando assim o rompimento da amostra por cisalhamento, causado por eventuais irregularidades na superfície.

Figura 15 - Capeamento dos corpos de prova



Fonte: Própria autora

### Resistência à tração na flexão em três pontos

A resistência à tração na flexão foi analisada por testes de flexão em três pontos, seguindo orientações da NBR 5014 (ABNT, 2012) e determinada pela equação (7).

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2ab^2} \quad \dots(7)$$

Onde:

$\sigma_f$  – Resistência à flexão em três pontos (MPa);

F – Carga atingida no momento da ruptura (N);

L – Distância entre os apoios (mm);

a – Largura do corpo de prova (mm);

b – Altura do corpo de prova (mm).

O ensaio foi realizado utilizando-se uma máquina de ensaio universal marca Shimadzu (Figura 16), com capacidade de carga de 5 kN, e a velocidade utilizada foi de 0,15mm/min.

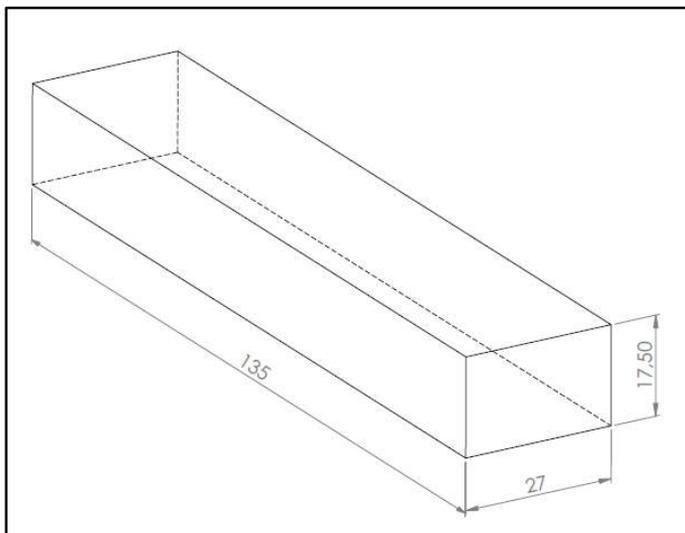
Figura 16 - Equipamento para ensaio de resistência à flexão em três pontos



Fonte: Própria Autora

As dimensões dos corpos de prova para este ensaio estão apresentadas na Figura 17.

Figura 17 - Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de flexão (mm)



Fonte: Própria autora

Posteriormente ao ensaio de flexão, foi retirado do corpo de prova com o auxílio de uma serra fragmentos de 5x5x5 mm, na região onde ocorreu a fratura para serem investigadas as superfícies de fratura em Microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo EVO MA10 marca Zeis, (Figura 18), do laboratório de Microscopia Eletrônica da Unipampa, Campus

Alegrete. Como as amostras não são condutoras, foi realizado um recobrimento com ouro (Figura 19).

Figura 18 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV)



Fonte: Própria autora

Figura 19 - Equipamento utilizado para realizar o recobrimento com ouro



Fonte: Própria autora

## Tenacidade

Foram calculadas as tenacidades para as curvas de compressão e flexão em três pontos, integrando-se a curva tensão x deformação, da origem até a ruptura. Com base no trabalho de Stochero (2015), os deslocamentos definidos para o cálculo de tenacidade foram os seguintes:

- Ensaios de compressão: deslocamento de pico (até a ruptura do material) e deslocamento de 2 mm;
- Ensaio de flexão em três pontos: deslocamento de pico e deslocamento até 2mm.

De acordo com o procedimento empregado por Marangon (2011), a tenacidade foi obtida através da equação (8).

$$T = \frac{A}{b.h} \quad \dots(8)$$

Onde:

T – tenacidade (KJ/m<sup>2</sup>);

A – área sob a curva (mm<sup>2</sup>);

b – largura da seção transversal da amostra (mm);

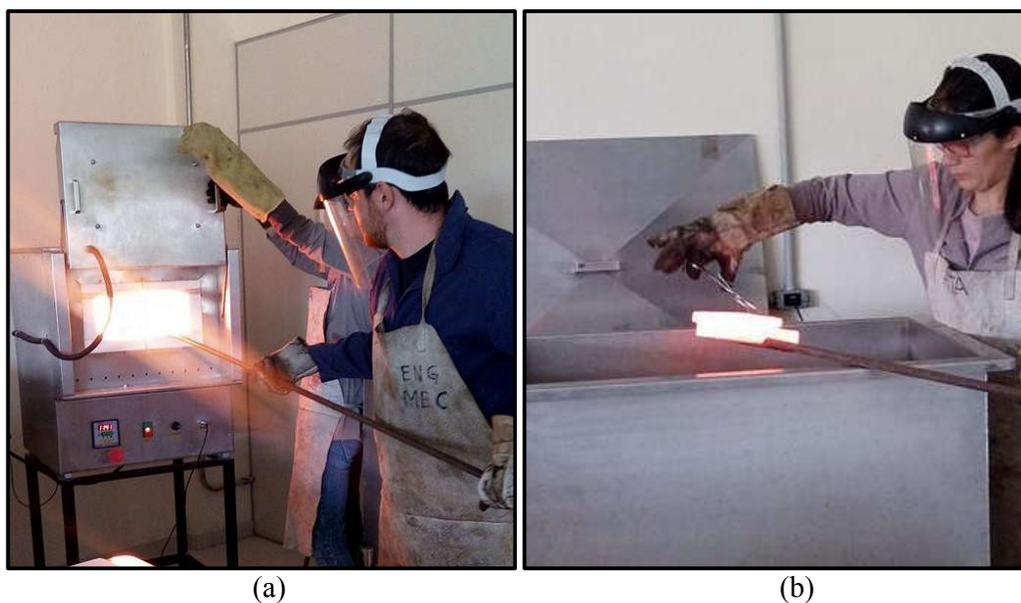
h – altura da seção transversal da amostra (mm).

### **Resistência ao choque térmico**

Este ensaio foi realizado seguindo as especificações da NBR ISO 13202 (ABNT, 2015), com o objetivo de avaliar a influência da variação brusca da temperatura nas propriedades mecânicas do material submetido ao ciclo térmico.

Para o aquecimento dos corpos de prova foi utilizado o mesmo forno adotado na etapa de sinterização. Para cada ciclo, os corpos de prova permaneceram na temperatura de 1200° C por 10 minutos, sendo imediatamente removidos e colocados em um tanque contendo água, por 5 minutos. Em seguida, foram removidos e, depois de 5 minutos na temperatura ambiente, foram levados novamente ao forno para um novo ciclo, até o momento em que os corpos de prova se partissem (Figura 20).

Figura 20 - Etapas do ensaio de resistência ao choque térmico: (a) Material sendo retirado do forno; (b) Material sendo colocado no tanque de resfriamento com água.



Fonte: Própria autora

As dimensões das amostras para este ensaio eram as mesmas do ensaio de flexão. Foram ensaiadas três amostras para cada mistura.

A resistência ao choque térmico foi determinada através da equação (9):

$$RCT = \frac{A}{B} \quad \dots(9)$$

Onde:

RCT – resistência ao choque térmico;

A – número de ciclos em que surgiu a primeira trinca;

B – número de ciclos em que ocorreu a ruptura total da amostra.

### **Condutividade térmica**

O ensaio de condutividade térmica foi realizado no equipamento *LaserComp*, do laboratório de Mecânica Aplicada da Unipampa, Campus Alegrete (Figura 21), utilizando a faixa de temperatura de 35°C a 60°C.

Figura 21 - Equipamento *LaserComp*

Fonte: Própria autora

Para este ensaio foram produzidas três amostras com dimensões de 150 mm de comprimento, 150 mm de largura e 20 mm de espessura. O processo de produção empregado foi o mesmo descrito no item 3.2, porém foi necessária a confecção de uma matriz exclusiva (Figura 22), devido às exigências do equipamento. A prensagem foi realizada na prensa EMIC, que possui uma capacidade de carga de 1500 kN.

Figura 22 - Matriz



Fonte: Própria autora

## 4 RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados dos ensaios físicos, mecânicos e termomecânicos realizados na presente pesquisa.

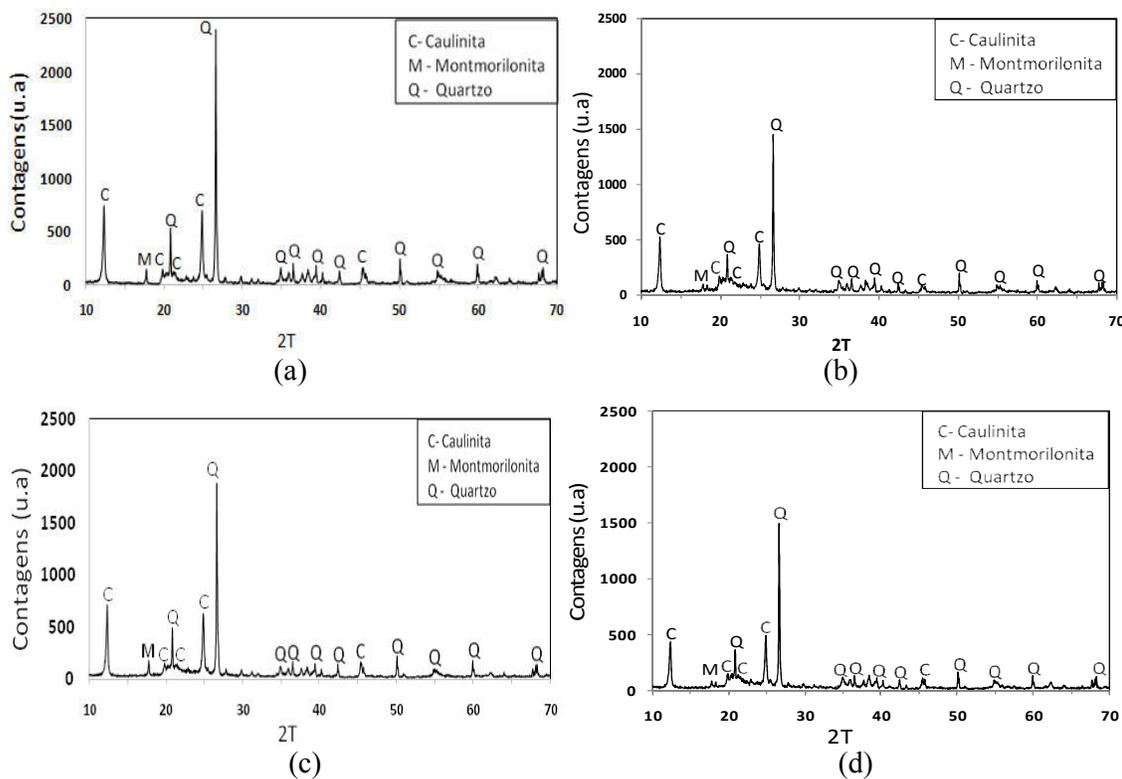
### 4.1 Caracterização das cerâmicas refratárias

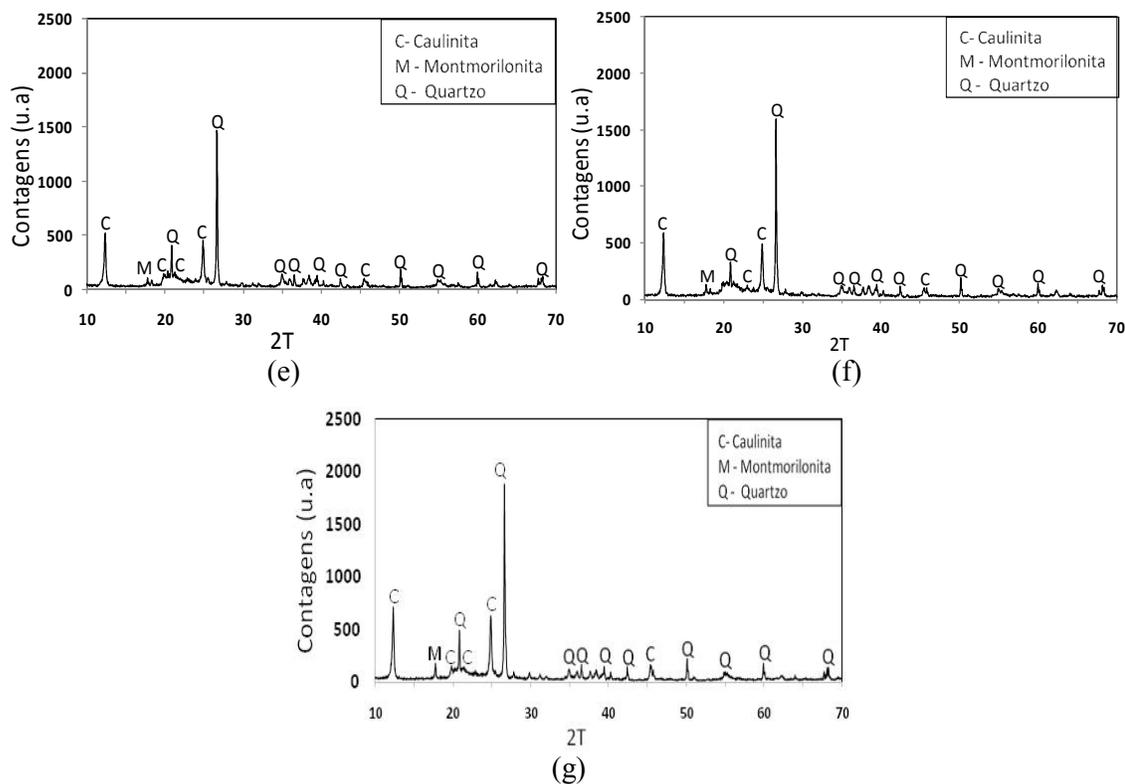
Nesta seção são apresentados os resultados da análise mineralógica realizada nas misturas.

#### 4.1.1 Difração de raios X

A Figura 23 ilustra os resultados da difração de raios X antes da queima, para cada uma das sete misturas.

Figura 23 - Espectro de difrações de raios X antes da queima: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20SCA1FA; (g) 20SCA2FA



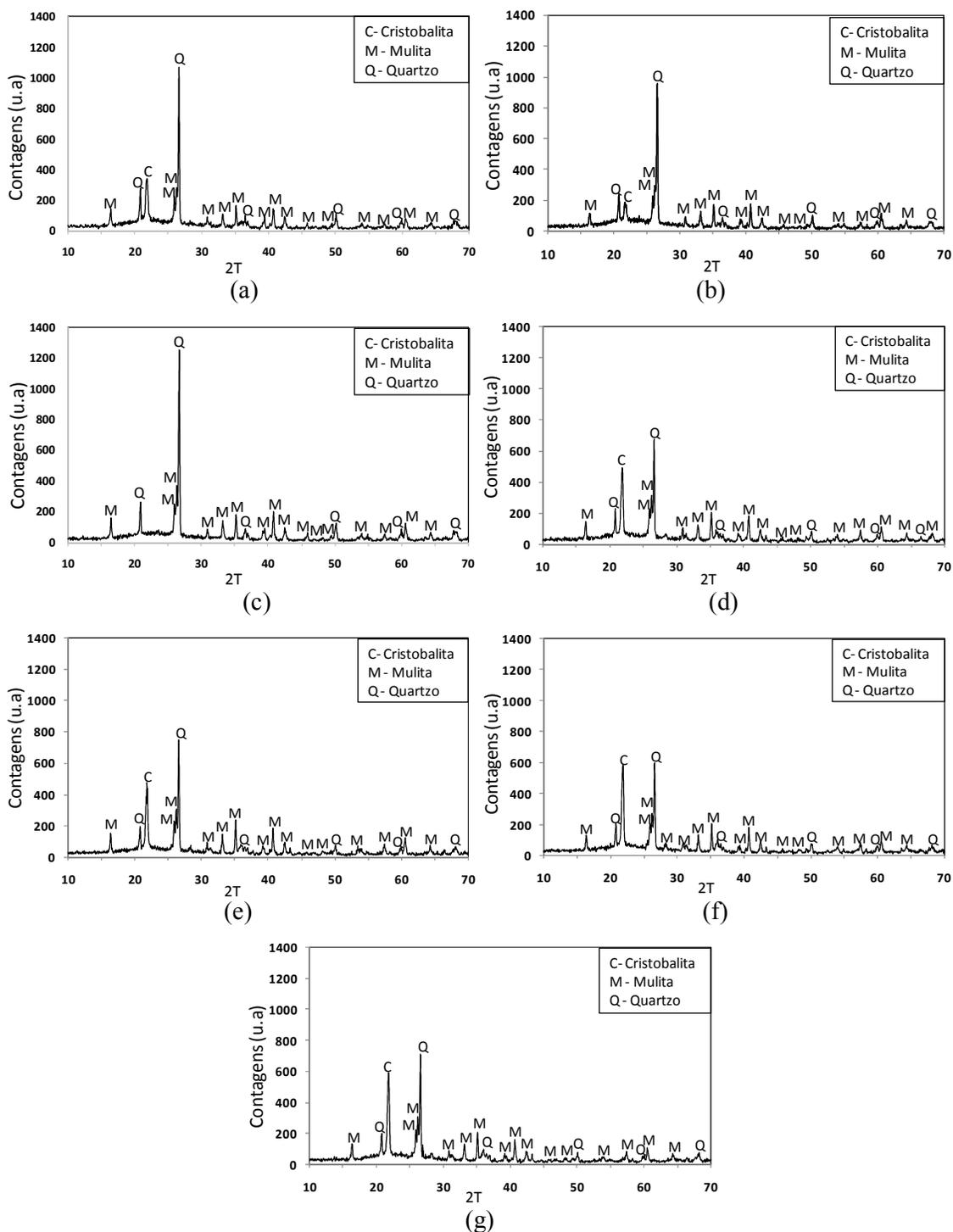


Fonte: Própria autora

Os resultados de XRD mostram que as misturas apresentaram, basicamente, a composição de quartzo e caulinita, exibindo um pico de montmorilonita. Galesi et al. (2005), em suas análises de raios X encontram apenas um pico de montmorilonita, e afirmam que a presença de caulinita combinada com montmorilonita, favorece a plasticidade da argila.

A Figura 24 apresenta os resultados após a queima das amostras. É importante salientar que, para a execução do ensaio, as cerâmicas após a queima foram moídas, porém, não foi possível moer as fibras, por isso, nos resultados apresentados não há nenhuma contribuição da fibra na formação de fases.

Figura 24 - Espectro de difrações de raios X depois da queima: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20SCA1AF; (g) 20SCA2FA



Fonte: Própria autora

Após a sinterização a 1300° C, as cerâmicas apresentaram a presença de mulita e quartzo.

A presença do quartzo deve-se provavelmente ao fato de a temperatura de sinterização utilizada de 1300° C e/ou o tempo de sinterização terem sido insuficientes para que ocorresse a transformação desta fase.

A formação de picos de mulita é devida ao fato de que a reação ocorrida entre a alumina e a sílica presentes na mistura atingiu a estequiometria dessa fase cristalina, a qual corresponde a  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ .

Souza et al. (2011) em sua pesquisa constata que com a adição de cinzas aumenta a concentração de sílica cristalina e diminui a concentração de sílica não cristalina e alumina (que provém da decomposição de caulinita), que reagirão em conjunto para formar mulita. Assim não ocorre o aumento da formação de mulita como esperado. A sílica amorfa está associada com a desidroxilação de caulinita e atinge um valor máximo em torno de 950 ° C. Acima desta temperatura, o teor de sílica amorfa começa a diminuir, atingindo valores mínimos entre 1000 ° C e 1200 ° C. Além dessa temperatura, a restante sílica transforma-se em cristobalita.

## 4.2 Ensaios físicos

### 4.2.1 Densidade de massa, porosidade aparente, absorção de água retração linear de queima e variação de massa

Os resultados obtidos com os ensaios de densidade de massa, porosidade aparente, absorção de água, retração linear de queima e variação de massa são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Resultados dos ensaios físicos

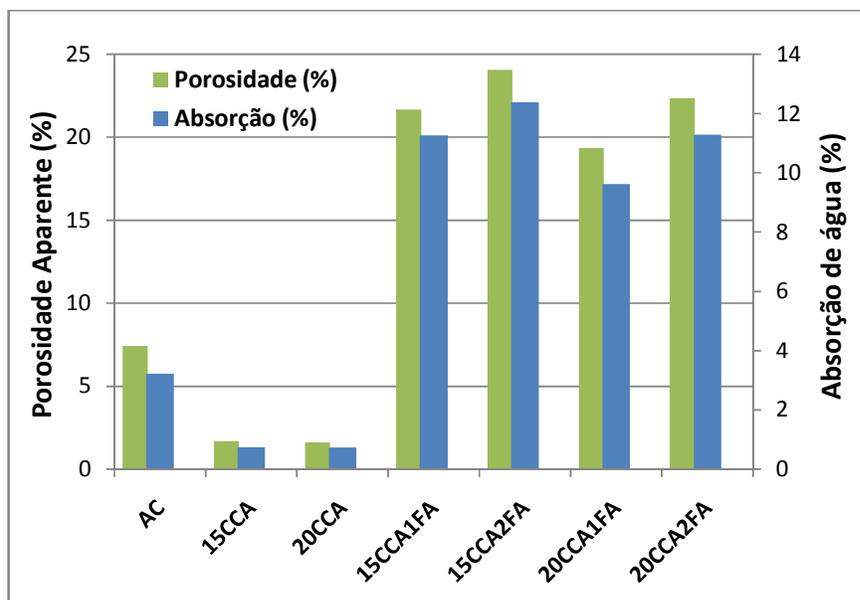
Nomenclatura	Densidade	Porosidade	Absorção de água	Retração Linear de Queima	Varição de massa
AC	2,31 ± 0,018	7,43 ± 0,370	3,219 ± 0,186	9,674 ± 0,161	8,197 ± 0,058
15SCA	2,28 ± 0,006	1,69 ± 0,091	0,744 ± 0,041	11,961 ± 0,200	7,337 ± 0,057
20SCA	2,23 ± 0,013	1,62 ± 0,156	0,728 ± 0,074	12,123 ± 0,133	6,931 ± 0,070
15SCA1FA	1,92 ± 0,011	21,67 ± 1,079	11,265 ± 0,622	6,224 ± 0,181	7,106 ± 0,255
15SCA2FA	1,94 ± 0,007	24,06 ± 0,782	12,385 ± 0,505	4,489 ± 0,180	6,701 ± 0,115
20SCA1FA	2,01 ± 0,007	19,34 ± 0,405	9,621 ± 0,230	5,768 ± 0,273	6,606 ± 0,084
20SCA2FA	1,98 ± 0,021	22,35 ± 0,935	11,288 ± 0,590	4,686 ± 0,447	6,215 ± 0,160

Fonte: Própria Autora

Observa-se que não houve uma variação significativa da densidade com a substituição pela sílica, em função de a massa específica da sílica ( $2,03 \text{ g/cm}^3$ ) ser menor que a massa específica da argila refratária ( $2,73 \text{ g/cm}^3$ ) utilizada como matriz. Nota-se que, mesmo adicionando-se uma matéria-prima de menor densidade, não houve redução significativa da densidade das amostras, provavelmente pela melhora do empacotamento da mistura granular. O mesmo ocorreu com a adição de fibras de aço.

A diminuição de densidade com o uso de fibra de aço pode ser associada com o aumento de porosidade, conforme mostrado na Figura 25

Figura 25 - Resultados de porosidade aparente e absorção de água

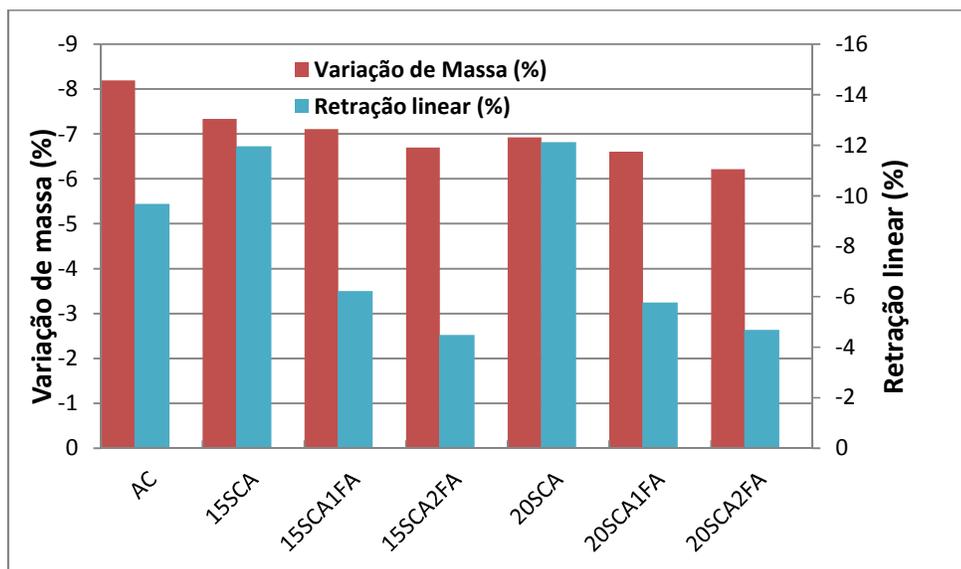


Fonte: Própria Autora

Harun et al. (2013) explica a redução da porosidade nas amostras com adição de SCA, devido à melhora do empacotamento, melhorando assim as propriedades mecânicas.

A Figura 26 apresenta os resultados de retração linear e a variação de massa após a queima, enquanto que a Tabela 10 apresenta os resultados com substituição de SCA comparada com a amostra somente com argila (AC).

Figura 26 - Variação de massa e retração linear após a queima



Fonte: Própria Autora

Tabela 10 - Redução da retração linear e aumento da variação de massa

Cerâmicas Refratárias	Retração linear (%)	Variação de massa (%)
<b>15SCA</b>	23,64	-10,49
<b>20SCA</b>	25,32	-15,44

Fonte: Própria Autora

É possível observar que, com a substituição de argila por SCA, houve uma diminuição na variação de massa e um aumento na retração linear para as amostras com substituição de 15% e 20% de SCA. Este resultado leva à conclusão de que, devido à máxima densidade de empacotamento da mistura de referência, os canais internos existentes entre as partículas diminuíram, dificultando a eliminação de água durante o processo de secagem, aumentando, assim, o gradiente de umidade no interior do produto e provocando, dessa forma, maiores retrações. Marinho et al. (2014) reporta a mesma relação: aumento da retração linear com o aumento da densidade das amostras.

A Tabela 11 indica que a inclusão de fibras de aço proporcionou redução significativa na retração linear e na variação de massa, quando comparada à cerâmica com substituição de 15% e 20% de SCA.

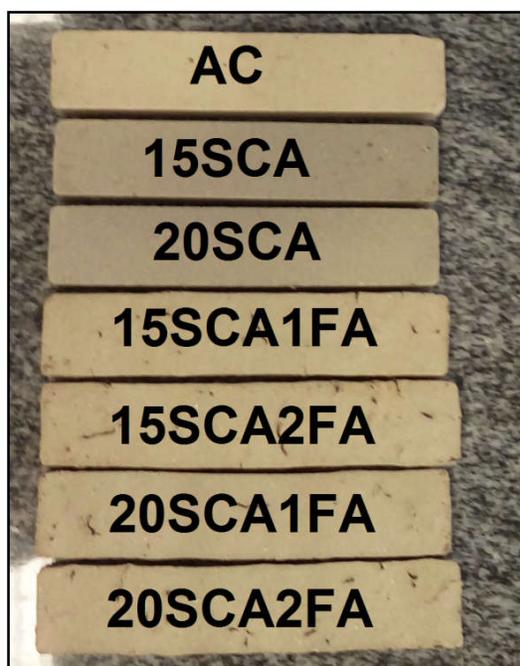
Tabela 11 - Redução da retração linear e variação da massa nas amostras com fibras

<b>Cerâmicas Refratárias</b>	<b>Retração linear (%)</b>	<b>Varição de massa (%)</b>
<b>15SCA1FA</b>	47,96	3,15
<b>15SCA2FA</b>	62,47	8,67
<b>20SCA1FA</b>	52,42	4,69
<b>20SCA2FA</b>	61,35	10,33

Fonte: Própria Autora

Na Figura 27, é possível observar as retrações lineares das amostras.

Figura 27 - Retração linear entre as cerâmicas após a queima



Fonte: Própria Autora

Segundo Bergman e Bragança (2004), em altas temperaturas há formação de fase líquida, que resulta em maior retração das peças. Possivelmente, esta fase líquida formada foi favorecida pela quantidade de quartzo presente, uma vez que, ao acrescentar fibras de aço, houve uma diminuição da retração das peças e do nível de vitrificação do material, além de um aumento da porosidade.

### 4.3 Ensaio mecânicos

Nesta seção são apresentados os resultados dos ensaios mecânicos de resistência à compressão e tração na flexão em três pontos.

### 4.3.1 Resistência à compressão

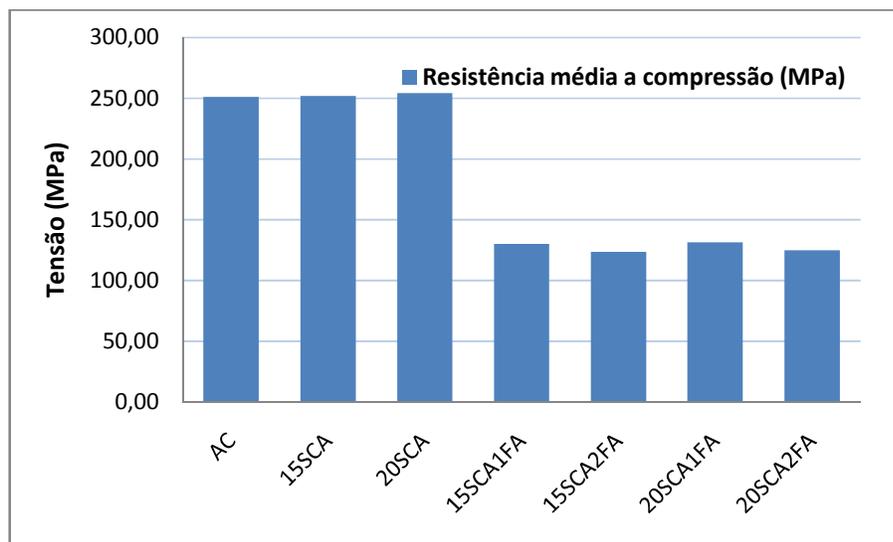
A Tabela 12 e a Figura 28 apresentam os resultados do ensaio de resistência à compressão.

Tabela 12 - Resultados do ensaio de resistência à compressão

<b>Cerâmicas Refratárias</b>	<b>Resistência média à compressão (MPa)</b>	<b>Coefficiente de variação (%)</b>
<b>AC</b>	251,23	2,63
<b>15SCA</b>	251,91	3,98
<b>20SCA</b>	254,47	6,18
<b>15SCA1FA</b>	130,12	6,53
<b>15SCA2FA</b>	123,66	4,17
<b>20SCA1FA</b>	131,57	8,34
<b>20SCA2FA</b>	124,99	3,77

Fonte: Própria Autora

Figura 28 - Resistência média à compressão (MPa)



Fonte: Própria Autora

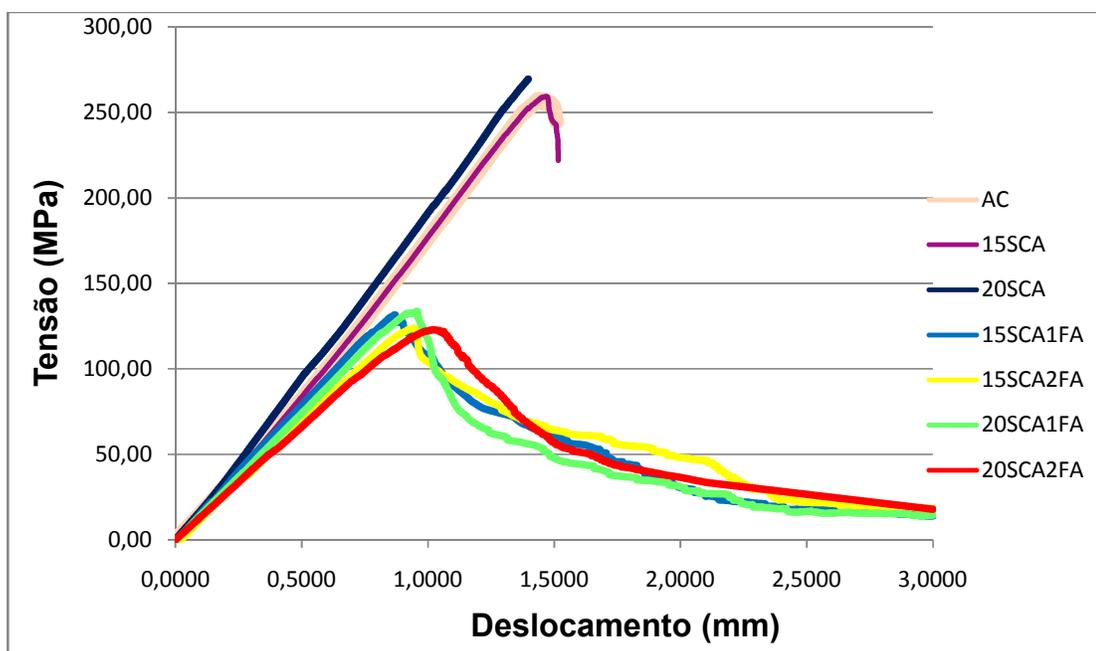
A resistência média à compressão variou de 251,23 MPa na cerâmica AC para 251,91MPa e 254,47MPa, na cerâmica com substituição de 15% e 20% de SCA, respectivamente, o que corresponde a um aumento de apenas 0,27% e 1,47% respectivamente. Jamo e Maharaz (2015) explicam o aumento da resistência devido ao encravamento de agulhas de mulita.

Stochero (2015) ao comparar sua mistura de referência (20% de SCA e 80% AC) com a mistura somente com AC, não obteve diferença significativa de resistência a compressão, ressaltando a que SCA pode ser utilizada sem perda de resistência nas cerâmicas refratárias.

Em relação às cerâmicas com fibras, quando comparadas à cerâmica AC e com substituição de SCA, ocorreu uma redução significativa na resistência à compressão. Zhang et al. (2016) constatam que a adição de fibras aumenta a porosidade dos compósitos e, conseqüentemente, ocorre a redução na resistência mecânica. Em contrapartida, com a adição de fibras a amostra passa a ter comportamento dúctil.

Curvas típicas de Tensão X Deslocamento referentes aos materiais ensaiados à compressão são apresentadas na Figura 29.

Figura 29 - Curvas típicas obtidas no ensaio de resistência e compressão



Fonte: Própria Autora

Os resultados obtidos no ensaio de resistência à compressão demonstram que a cerâmica AC e as cerâmicas com substituição de SCA apresentaram uma ruptura de forma frágil, enquanto que as cerâmicas com fibras exibiram uma ruptura de forma quase dúctil.

Através das curvas Tensão X Deslocamento, foram obtidos os valores de tenacidade de pico e tenacidade até o deslocamento de 2 mm, conforme a Tabela 13.

Tabela 13 - Resultados médios da tenacidade à compressão

Cerâmicas Refratárias	Deslocamento de Pico (mm)	Tenacidade de Pico (KJ/mm <sup>2</sup> )	Coefficiente de Variação (%)	Tenacidade (até 2mm) (KJ/mm <sup>2</sup> )	Coefficiente de Variação (%)
AC	1,522	0,277	2,011	-	-
15SCA	1,40	0,256	10,19	-	-
20SCA	1,40	0,267	3,07	-	-
15SCA1FA	0,90	0,09	7,31	0,18	10,70
15SCA2FA	0,90	0,08	6,80	0,19	8,48
20SCA1FA	1,03	0,10	19,83	0,17	12,01
20SCA2FA	1,15	0,10	9,98	0,19	5,59

Fonte: Própria Autora

A tenacidade de pico foi consideravelmente menor nas cerâmicas com adição de fibra, assim como a resistência à compressão. Não houve diferença significativa de tenacidade e resistência à compressão entre as amostras AC e as cerâmicas com adição de SCA. O aumento do teor de fibras de 1% para 2% resultou em um pequeno aumento de tenacidade (até 2 mm). A fibra possui a característica de limitar a propagação de trincas, aumentando a ductibilidade, justificando o resultado encontrado. Cunha-Ducan e Bradt (2003) afirmam que o material com fibra pode trincar, contudo apresenta boa capacidade de retenção de sua integridade.

A Figura 30 mostra os corpos de prova após o ensaio de compressão.

Figura 30 - Imagem dos corpos de prova após a ruptura à compressão



Fonte: Própria Autora

#### 4.3.2 Resistência à tração na flexão em três pontos

A Tabela 14 e a Figura 31 apresentam os resultados obtidos através do ensaio de resistência à tração na flexão em três pontos. Observa-se um aumento significativo da

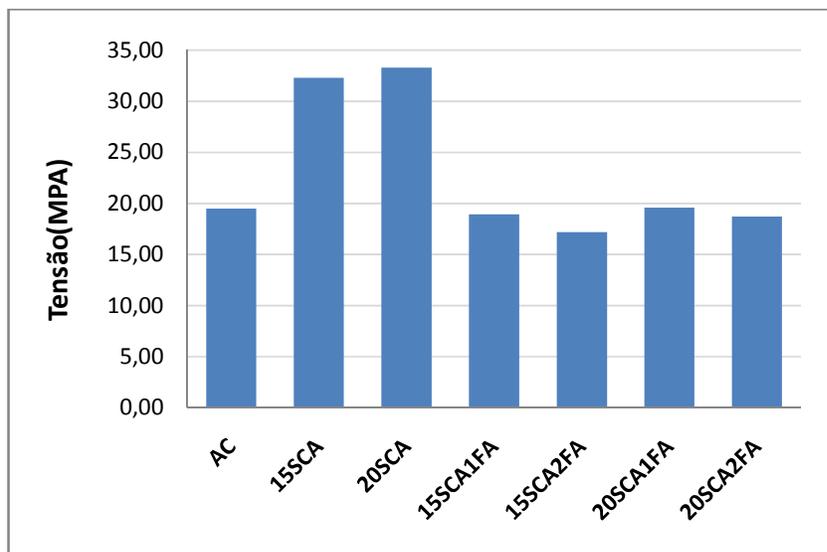
resistência à flexão nas cerâmicas com adição de sílica. Oliveira et al. (2008) destacam que resistência à flexão aumenta quando ocorre a diminuição da porosidade.

Tabela 14 - Resultados da resistência à tração na flexão em três pontos

<b>Cerâmicas Refratárias</b>	<b>Resistência média à flexão (MPa)</b>	<b>Coefficiente de variação (%)</b>
AC	19,50	4,03
15SCA	32,27	1,04
20SCA	33,30	1,50
15SCA1FA	18,93	4,74
15SCA2FA	17,21	0,76
20SCA1FA	19,58	4,34
20SCA2FA	18,73	5,55

Fonte: Própria Autora

Figura 31 - Resistência à tração na flexão em três pontos



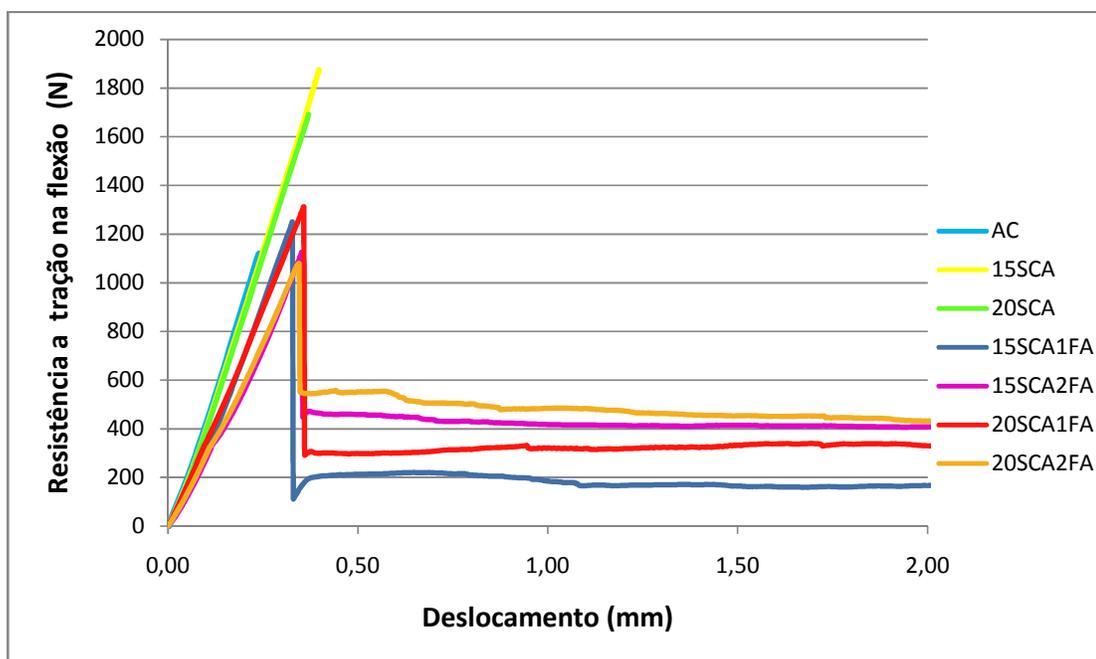
Fonte: Própria Autora

Nas formulações com adição de fibra de aço é possível observar uma perda de resistência quando comparadas as misturas com argila e SCA (15SCA e 20SCA), porém essa diferença não é tão expressiva quando observamos a mistura somente com argila (AC), evidenciando assim que apesar da perda de resistência ser considerável, as misturas com fibra ainda apresentam resistência equivalente a mistura com somente argila.

## Comportamento à flexão

Curvas típicas Força X Deslocamento referentes aos materiais cerâmicos ensaiados sob flexão são mostrados na Figura 32.

Figura 32 - Curvas típicas obtidas do ensaio de flexão em três pontos



Fonte: Própria Autora

Foi observado o aumento da resistência mecânica na cerâmica com adição de sílica. De acordo com Sobrosa et al. (2017), o aumento da resistência está relacionado com a diminuição da porosidade do material e consequentemente pelo aumento da densidade de empacotamento. É importante enfatizar que este resultado corrobora com os resultados encontrados nas micrografias analisadas no MEV, pois o material de referência apresentou menor quantidade de poros.

Apesar de as cerâmicas 15SCA e 20SCA apresentarem maior resistência à flexão, suas rupturas ocorreram de forma totalmente frágil.

No que concerne às cerâmicas com fibras, observa-se que, nas cerâmicas com a adição de 1%, a resistência à tração na flexão é maior, porém a carga residual é menor, comparando com as amostras com adição de 2%. Dessa forma, pode-se concluir que, conforme aumenta-se o teor de fibras, maior é a tendência da cerâmica em apresentar um comportamento dúctil,

pois existe uma maior quantidade de fibras que podem interceptar a fissura. Entretanto a resistência à tração na flexão é menor.

Através das curvas típicas Força X Deslocamento obtidas do ensaio de flexão em três pontos, foi possível analisar a tenacidade referente ao deslocamento de pico e a tenacidade até o deslocamento de 2 mm (Tabela 15).

Tabela 15 - Resultados médios da tenacidade à flexão

Cerâmicas Refratárias	Deslocamento de Pico (mm)	Tenacidade de Pico (KJ/mm <sup>2</sup> )	Coefficiente de Variação (%)	Tenacidade (até 2mm) (KJ/m <sup>2</sup> )	Coefficiente de Variação (%)
AC	0,25	0,27	4,851	-	-
15SCA	0,39	0,70	2,06	-	-
20SCA	0,39	0,69	0,926	-	-
15SCA1FA	0,35	0,39	8,40	1,37	17,60
15SCA2FA	0,37	0,37	7,74	1,86	14,14
20SCA1FA	0,40	0,45	14,40	1,92	13,67
20SCA2FA	0,37	0,39	12,33	2,06	6,33

Fonte: Própria Autora

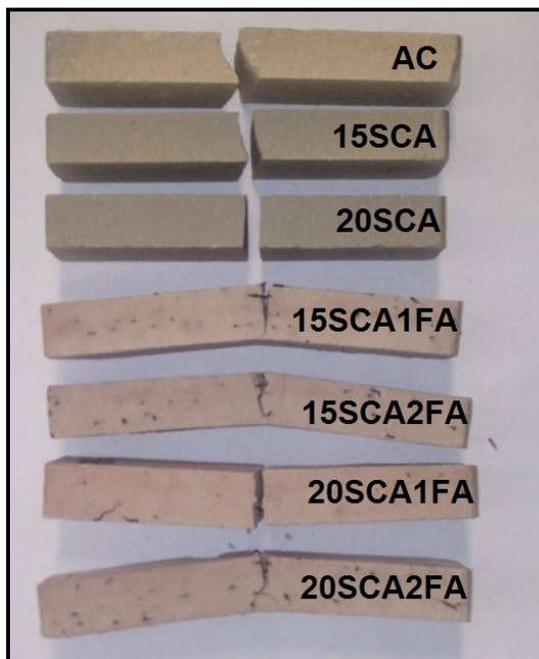
Analisando os resultados da Tabela 15, nota-se que a adição de SCA promove um aumento significativo na tenacidade de pico, ou seja, a tensão para levar a amostra à ruptura será maior. Esses valores vão ao encontro de resultados obtidos por Lajara (2011), que concluiu que o uso de CCA em materiais cerâmicos resulta em aumento de resistência à flexão.

Nas cerâmicas com adição de fibra de aço e SCA ocorreu uma redução na tenacidade de pico. Este comportamento possivelmente esteja associado com o aumento da porosidade.

A tenacidade em 2 mm apresentou um aumento quando utilizaram-se fibras, uma vez que as mesmas possuem propriedade de limitar as trincas, suportando cargas maiores por um período maior de tempo.

A Figura 33 demonstra a forma de ruptura dos corpos de prova ensaiados à flexão em três pontos. É possível observar que a fratura sempre ocorre no ponto de momento máximo (centro). As amostras sem fibras apresentaram um modo de ruptura frágil e não se separaram, após o término do ensaio, pois as fibras tiveram influência no controle da abertura de fissura.

Figura 33 - Corpos de prova ensaiados à flexão em três pontos

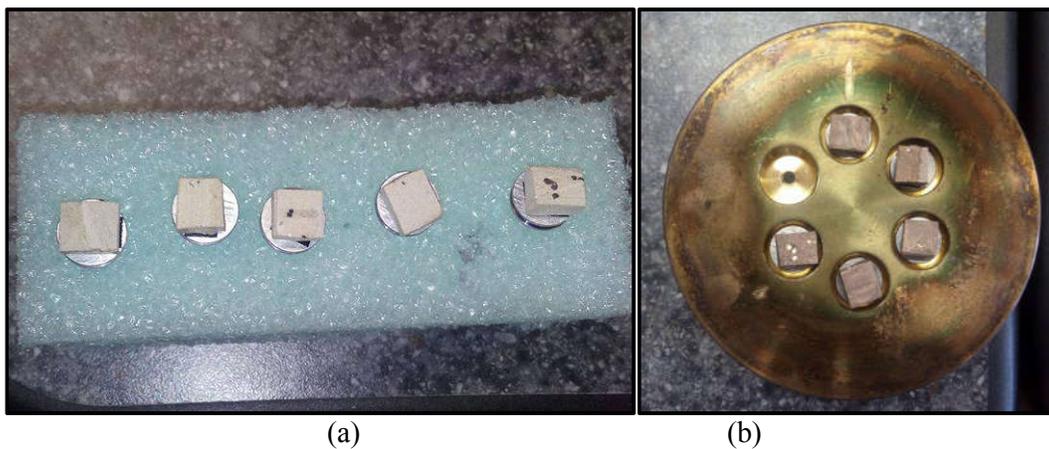


Fonte: Própria Autora

#### 4.3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura – MEV

A Figura 34 apresenta as amostras analisadas em MEV.

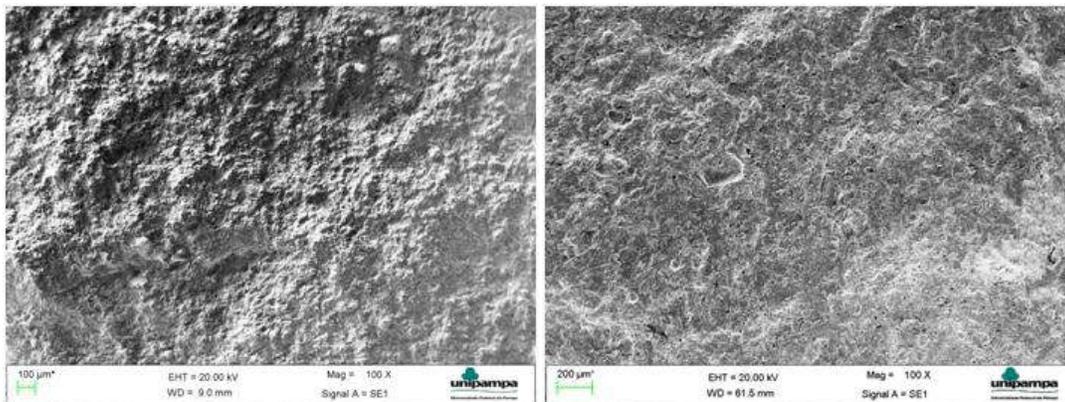
Figura 34 - Amostras analisada no MEV: (a) amostra sem recobrimento de ouro; (b) amostra com recobrimento de ouro



Fonte: Própria Autora

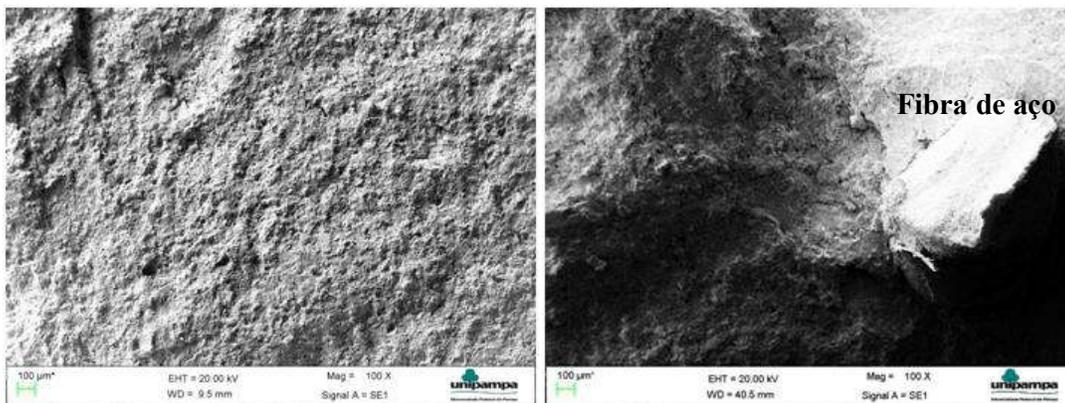
As imagens de superfície (SE) foram realizadas com magnificação de 100x, 500x e 1000x, com uma voltagem de aceleração de 20 KV, conforme as Figuras 35 a 3

Figura 35 - Micrografia em MEV com magnificação de 100x: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20CSA1FA; (g) 20SCA2FA



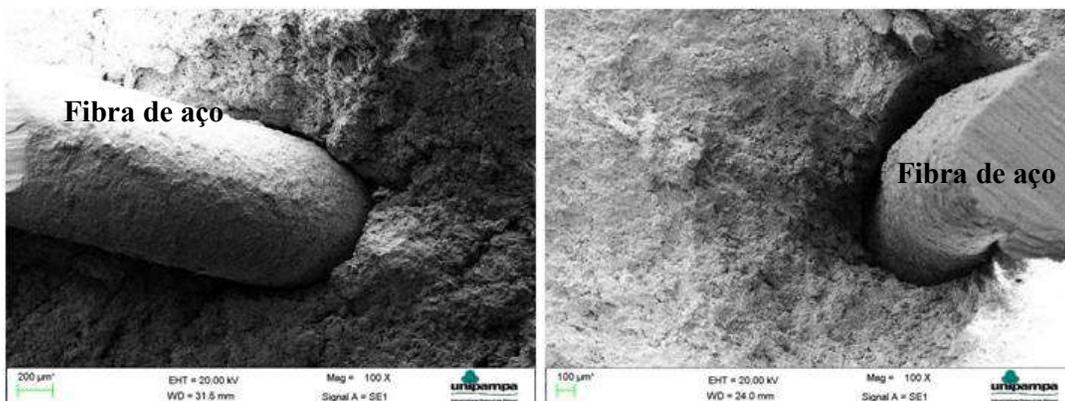
(a)

(b)



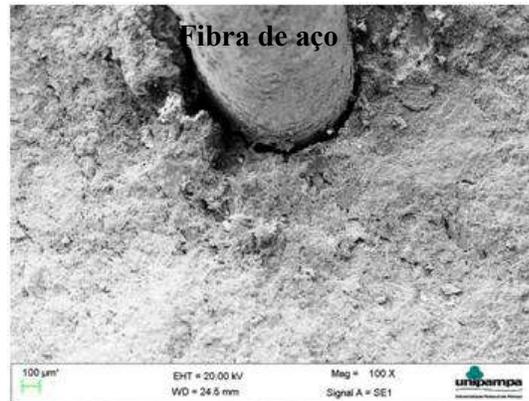
(c)

(d)



(e)

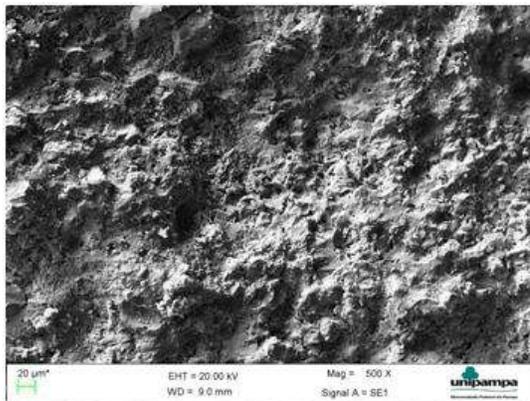
(f)



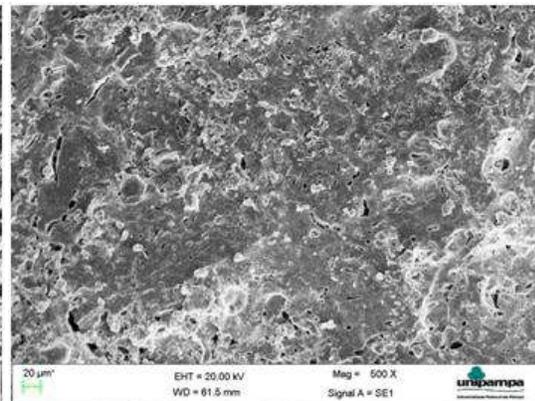
(g)

Fonte: Própria Autora

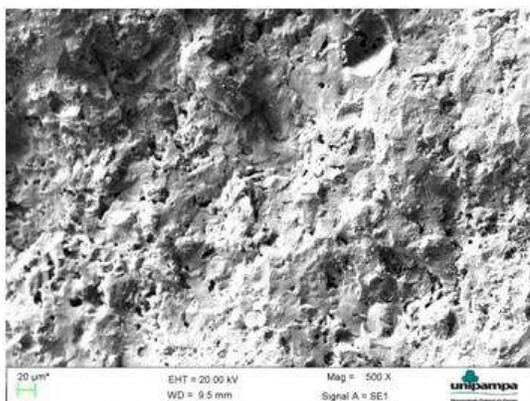
Figura 36 - Micrografia em MEV com magnificação de 500x: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20CSA1FA; (g) 20SCA2FA



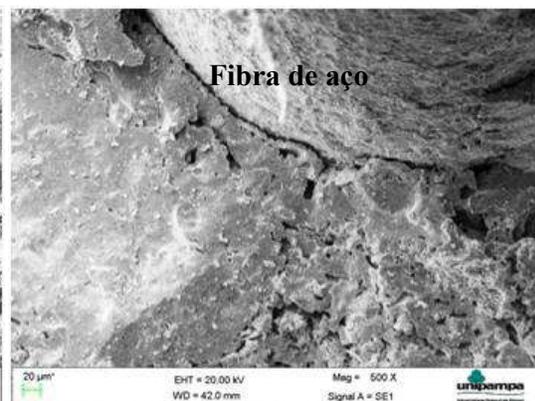
(a)



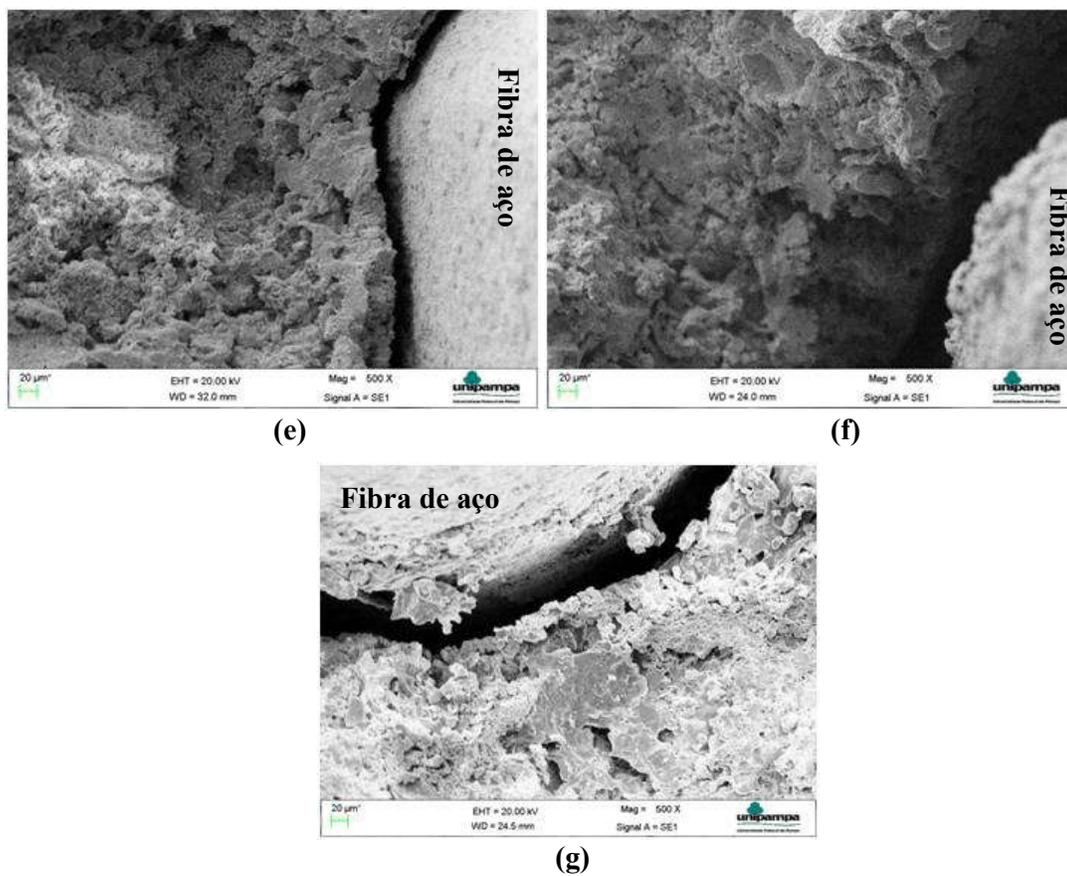
(b)



(c)

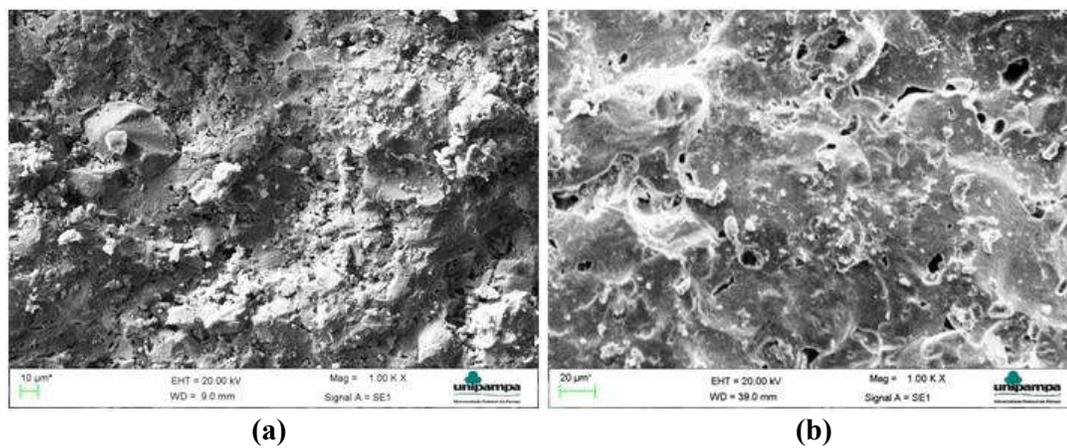


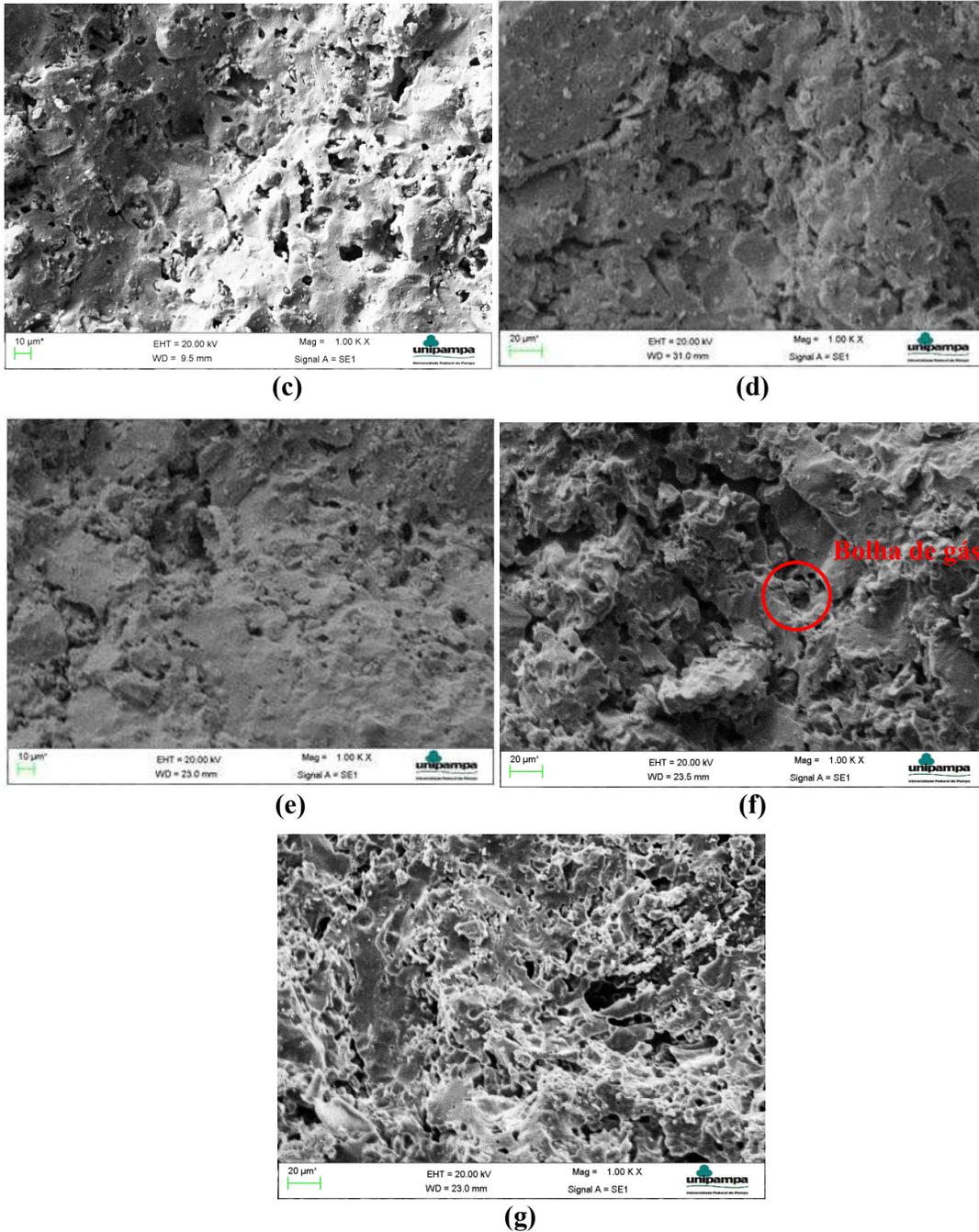
(d)



Fonte: Própria Autora

Figura 37 - Micrografia em MEV com magnificação de 1000x: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20CSA1FA; (g) 20SCA2FA





Fonte: Própria Autora

As microscopias revelam o crescimento do nível de vitrificação das partículas nas cerâmicas com adição de sílica (15SCA e 20SCA), devido ao crescimento de superfícies lisas, contínuas e compactas, as quais são características de matrizes vítreas. Nas imagens com magnificação de 1000x, é possível identificar melhor o nível de vitrificação.

Bergman e Bragança (2004) relatam que a formação de fase líquida proporciona a retração das peças, reduzindo a porosidade, uma vez que esta fase preenche os poros, trincas e defeitos.

Constatou-se que, à medida que se aumentou o teor volumétrico de fibras, a quantidade de poros também aumentou. Além disso, percebe-se que a vitrificação já não é tão expressiva, possivelmente, pela substituição da mistura de argila por fibras de aço, apresentando uma textura mais rugosa.

A presença de uma possível bolha de gás é identificada nas microestruturas. Essas bolhas surgem da expansão dos gases, e são representadas por bolhas aprisionadas na fase vítrea. A micrografia da Figura 37 (f) ilustra uma possível formação dessa fase.

#### **4.4 Ensaios termomecânicos nas cerâmicas refratárias**

Esta seção apresenta os resultados dos ensaios termomecânicos: resistência ao choque térmico e condutividade térmica.

##### **4.4.1 Resistência ao choque térmico**

A Tabela 16 apresenta os resultados de resistência ao choque térmico das amostras, obtidos através da equação (9). É importante destacar que menores valores para  $rc_t$  indicam uma maior resistência.

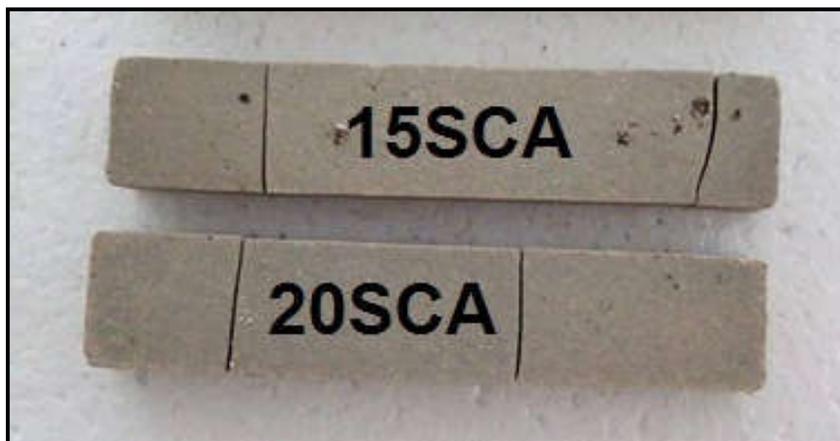
Tabela 16 - Resultados do ensaio de choque térmico

<b>Cerâmicas Refratárias</b>	<b>Resistência média ao choque térmico (r.c.t)</b>	<b>Nº de ciclos da primeira trinca</b>	<b>Nº de ciclos da ruptura</b>
<b>AC</b>	<b>1</b>		
1		1	1
2		1	1
3		1	1
<b>15SCA</b>	<b>1</b>		
1		1	1
2		1	1
3		1	1
<b>20SCA</b>	<b>1</b>		
1		1	1
2		1	1
3		1	1
<b>15SCA1FA</b>	<b>0,147</b>		
1		1	11
2		2	11
3		2	12
<b>15SCA2FA</b>	<b>0,136</b>		
1		2	14
2		2	15
3		2	15
<b>20SCA1FA</b>	<b>0,161</b>		
1		2	9
2		2	11
3		1	11
<b>20SCA2FA</b>	<b>0,146</b>		
1		2	13
2		2	14
3		2	14

Fonte: Própria Autora

Destaca-se que as cerâmicas AC, 15SCA e 20SCA, romperam bruscamente, sem apresentar trincas previamente, conforme mostrado na Figura 38.

Figura 38 - Ruptura das amostras com substituição parcial de SCA



Fonte: Própria Autora

As cerâmicas com substituição de fibras em teores de 1% e 2% apresentaram melhor desempenho, pois a adição de fibra controlou a abertura de fissuras. Salih e Mohammed (2012), avaliaram o desempenho das fibras em refratários e afirmam que as mesmas trabalham para diminuir fissuras que são causadas através do aquecimento e resfriamento e distribui as tensões, melhorando a resistência ao choque térmico

A Figura 39 apresenta o modo de fratura das amostras com fibras.

Figura 39 - Ruptura das amostras com 1% e 2% de fibra



Fonte: Própria Autora

A ruptura das amostras contendo fibras ocorreu na extremidade dos corpos de prova. Almeida (2009) afirma que como a região central das amostras se resfria mais lentamente do que as regiões de extremidade, os gradientes térmicos nas regiões extremas são um pouco maiores do que na região central. Assim, o efeito do choque térmico é um pouco mais intenso nas regiões de extremidade, o que resulta em larguras de fissura na extremidade maiores do que as do centro.

#### 4.4.2 Condutividade térmica

A Tabela 17 apresenta os resultados obtidos com o ensaio de condutividade térmica.

Tabela 17 - Resultado do ensaio de condutividade térmica

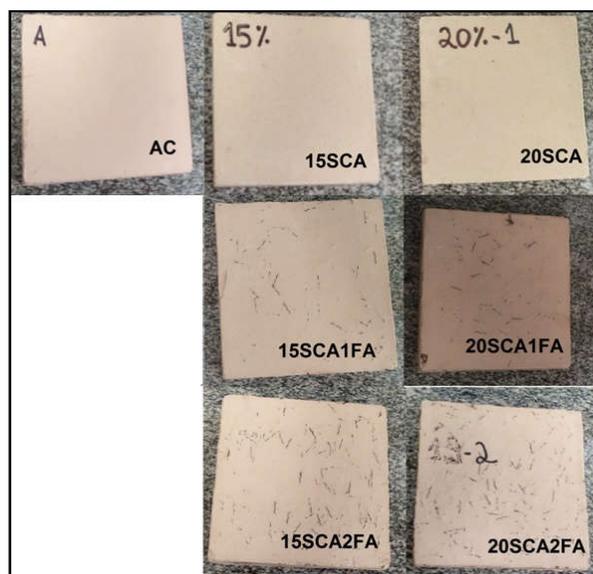
<b>Cerâmicas Refratárias</b>	<b>Condutividade térmica média (W/mK)</b>	<b>Coefficiente de variação (%)</b>
<b>AC</b>	0,204	1,46
<b>15SCA</b>	0,219	1,42
<b>20SCA</b>	0,221	2,02
<b>15SCA1FA</b>	0,214	5,91
<b>15SCA2FA</b>	0,212	2,63
<b>20SCA1FA</b>	0,219	5,58
<b>20SCA2FA</b>	0,221	6,13

Fonte: Própria Autora

Os resultados apresentaram uma diferença de apenas 0,0174 W/mK (7,86%) entre o maior (20SCA2FA) e menor (AC) valor. A Figura 40 mostra as amostras ensaiadas.

O ensaio foi realizado com o propósito de verificar a influencia das fibras na condutividade dos refratários, e com os resultados do ensaio é possível constatar que não houve diferenças significativas de condutividade térmica. Esse fato pode ser explicado pela quantidade de poros. Vivaldini et al. (2014) afirmam que quanto maior a porosidade total e maior a concentração de defeitos na porção sólida, menor a condutividade térmica.

Figura 40 - Amostras utilizadas no ensaio de condutividade térmica



Fonte: Própria Autora

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base nos resultados obtidos a partir dos ensaios realizados nos corpos de prova, algumas conclusões sobre as propriedades mecânicas e termomecânicas desses materiais foram elaboradas, bem como sugestões para trabalhos futuros são apresentadas a seguir.

### 5.1 Conclusões

Foi encontrada maior resistência mecânica para a cerâmica com 80% de argila e 20% de sílica, devido à diminuição da porosidade e aumento do nível de vitrificação.

As cerâmicas com adição somente de SCA (15SAC e 20SCA) apresentaram maior retração nas peças, possivelmente devido à formação de fase líquida.

O volume de fibras foi insuficiente para promover níveis de carregamentos crescentes após a ruptura do compósito.

A cerâmica com 2% de fibra obteve melhor desempenho em relação à melhoria na ductilidade, em razão do maior grau de deformação do material até o momento de ruptura.

As cerâmicas com 2% de fibra apresentaram melhor desempenho frente ao choque térmico.

A condutividade térmica das amostras investigadas não apresentou variações significativas.

Constata-se a possibilidade de uso da cinza da casca do arroz produzida pela Sílica Verde do Arroz Ltda. juntamente com fibras de aço para produção de materiais cerâmicos refratários, uma vez que apresentam composição química e mineralógica adequadas para este fim.

### 5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Entre algumas sugestões, podem ser citadas as seguintes:

- Realizar a sinterização do material utilizando-se tempos e temperaturas diferentes dos empregados no presente trabalho, para analisar a microestrutura e as fases formadas.

- Utilizar argila com maior porcentagem de alumina para buscar a formação de maior quantidade de mulita.

- Analisar diferentes teores volumétricos acima de 2% de fibra, com o intuito de chegar ao volume crítico de fibras.

- Analisar diferentes modelos de fibra, para obter uma matriz com menor porosidade.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10237**: materiais refratários - Classificação. Rio de Janeiro, 2014.

\_\_\_\_\_.**NBR 13202**: materiais refratários - determinação do choque térmico pelo módulo de elasticidade residual. Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_.**NBR 5017**: produtos refratários conformados densos - determinação da densidade de massa, porosidade aparente e porosidade real. Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_.**NBR ISO 10059-2**: produtos refratários prensados densos - determinação da resistência à compressão a frio Parte 2: Ensaio com isolamento. Rio de Janeiro, 2014.

\_\_\_\_\_.**NBR ISO 5014**: produtos refratários conformados densos e isolantes - determinação do módulo de ruptura à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, 2012.

\_\_\_\_\_.**NBR 7181**: Solo - análise granulométrica. Rio de Janeiro, 1984.

ABCERAM. **Sítio da Associação Brasileira de Cerâmica**. Disponível em <<http://www.abceram.org.br>>. Acesso em: 1 de março de 2016.

ALI, M. S.; et al. The effect of commercial rice husk ash additives on the porosity, mechanical properties, and microstructure of alumina ceramics. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2017, 2017

ALMEIDA, V. G. O. **Caracterização física e mecânica a altas temperaturas de concretos refratários reforçados com fibras de aço**. 2009. 67 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

ANDREOLA, F.; et al. Agricultural waste in the synthesis of coral ceramic pigment. **Dyes and Pigments**, v. 94, p. 207 - 211, 2012.

ANDREOLA, F.; et al. Technological properties of glass-ceramic tiles obtained using rice husk ash as silica precursor. **Ceramics International**, v. 39, p. 5427 - 5435, 2013.

AMORÓS, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial: Parte II: a compactação. **Revista Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 5, n. 6, p. 14 - 20, nov./dez. 2000b.

AMORÓS, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial: Parte III: variáveis do processo de compactação. **Revista Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 6, n. 1, p. 15 - 23, jan./fev. 2001.

ANFACER. **Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica**. Disponível em <<http://www.anfacer.org.br/#!/historia-ceramica/c207w>>. Acesso em: 3 de março de 2016.

BENTUR, A.; MINDESS, S. **Fiber reinforced cementitious composites**. 2nd ed. London and New York: Modern Concrete Technology Series, 2007.

BERGMANN, C.P; BRAGANÇA, S.R. Microestrutura e propriedades de porcelanas. **Cerâmica**, v. 50, p. 291 - 299, 2004.

BÓ, M. D.; BARBETTA, P. A.; HOTZA, D. Utilização de resíduos da indústria de revestimento cerâmicos na fabricação de refratários triaxiais. **Cerâmica Industrial**, v. 12, p. 42 - 46, 2007.

BUDNIKOV, P. P. **The technology of ceramics and refractories**. 1rd ed. London: Edward Arnold (Publishers) Ltd., 1964.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2008.

CAMPELLO, E. F. **Comportamento mecânico de argamassas reforçadas por fibras sintéticas e metálicas**. 2013. 168 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2013.

CORDEIRO, G. C. **Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz como aditivos minerais em concreto**. 2006. 223 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

CUNHA-DUCAN, F. N.; BRADT, R. C. Fratura de refratários. **Cerâmica**, v. 49, p.199 - 215, 2003.

DELLA, V. P.; KUHN, I.; HOTZA, D. Caracterização da cinza da casca de arroz para uso como matéria-prima na fabricação de refratários de sílica. **Revista Química Nova**, v. 24, nº 6, 2001.

DELLA, V. P.; KUHN, I.; HOTZA, D. Reciclagem de resíduos agroindustriais: cinza de casca de arroz como fonte alternativa de sílica. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 10, p. 22 - 25, 2005.

DUARTE, A. K. **Encapsulamento cerâmico de resíduos de materiais refratários**. 2005. 122 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

DUTRA, R. P. S. **Efeito da velocidade de aquecimento nas propriedades de produtos de cerâmica estrutural**. 2007. 136 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

FERNANDES, L. **Formação de mulita ( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) “in situ” a partir de diferentes tipos de sílicas amorfas sintéticas (SAS’s)**. 2014. 79 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

FOLLETO, E. L.; HOFFMANN, R.; HOFFMANN, R. S.; PORTUGAL, U. L.; JAHN, S. L. Aplicabilidade das cinzas da casca de arroz. **Revista Química Nova**, v. 28, n. 6, p. 1055 - 1060, 2005.

FIGUEIREDO, A. D. **Concreto reforçado com fibras**. 2011. 124 f. Tese (Livre-Docência) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

GALESI, D. F. et al. Caracterização das principais argilas utilizadas em engobes para revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 10, n. 3, 2005.

GARBELOTTO, R. A.; JUNIOR, A. N. Avaliação de propriedades mecânicas de porcelanato reforçados com fibras metálicas. **Cerâmica Industrial**, v. 19, n. 1, 2014.

GARCEZ, E. O. **Análise teórico-experimental do comportamento de concretos reforçados com fibras de aço submetidos a cargas de impacto**. 2005. 71 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

GÓIS, F. A. P. **Avaliação experimental do comportamento de concreto fluido reforçado com fibras de aço: influência do fator de forma e da fração volumétrica das fibras nas**

**propriedades mecânicas do concreto.** 2010. 79 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Alagoas, Maceió, 2010.

HARUN, Z.; KAMARUDIN, N. H.; MOHD TAIB, H. Effect of rice husk on fired ceramic shell strength. **Advanced Materials Research**, v. 795, p. 732 - 737, 2013.

IBGE, Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Levantamento Sistemático da Produção Agrícola.** p. 7, 2016.

IRGA, Instituto Rio Grandense de Arroz. Safra 2014/2015 - **Evolução da Colheita Safra 2015/16,** 2016.

ISAAC, C. S; SALOMÃO, R; PANDOLFELLI, V. C. use of natural fibers to speed up the drying step of refractory castables. **Cerâmica**, v. 50, p. 109 - 114, 2004.

JAMO, H. U; MAHARAZ, M.N. Influence of addition of rice husk ash on porcelain composition. **Science World Journal**, v. 10, 2015.

JUNIOR, V. M. T. **Desenvolvimento de novos materiais cerâmicos a partir de lodo de estações de tratamento de água, micro esferas de vidro de jateamento, sais de neutralização de ácidos de baterias e areias de fundição.** 2009. 42 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

KUNTZ, L. M. **The “greening” of the concrete industry: factors contributing to sustainable concrete.** 2006. 41f. Thesis (Master of Engineering). Massachusetts Technology Institute. Cambridge, 2006.

LAJARA, T. T. **Análise da viabilidade técnica da utilização da cinza de casca de arroz na fabricação de porcelanas.** 2011. 38f. Trabalho de Conclusão em Engenharia Química – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

MARANGON, E. **Caracterização material e estrutural de concretos auto adensáveis reforçados com fibras de aço.** 2011. 155 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

MARINHO, A. R. O; et al. Avaliação das propriedades tecnológicas de refratários dos sistemas alumina-zircônia e alumina-zircônia-sílica. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, Cuiabá, 2014. Anais eletrônicos. Disponível em: <<http://www.metallum.com.br/21cbecimat/CD/PDF/104-029.pdf>>. Acesso em: 10 nov. 2016.

MEDEIROS, J. **Refratários de elevada tenacidade para uso em aplicações críticas na indústria do refino de petróleo**. 2012. 62 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

MELCHIADES, F. G.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A. O. A curva de gresificação: parte i. **Cerâmica Industrial**, v. 01, ago./dez., 1996.

MENEZES, R. R.; et al. Obtenção de mulita porosa a partir da sílica da casca de arroz e do acetato de alumínio. **Revista Cerâmica**, v. 54, p. 245 - 252, 2008.

NJOYA, D; HAJAJI, M; NJOPWOUO, D. Effects of some processing factors on technical properties of a clay-based ceramic material. **Applied Clay Science** v. 65 – 66, p. 106 – 113, 2012.

OLIVEIRA, F. A.; LIVRAMENTO, V.; DELMAS, F. Avaliação das taxas de aquecimento em materiais refratários: comparação entre simulações físicas e cálculos computacionais. **Revista Cerâmica**, v. 48, n. 306, 2002.

OLIVEIRA, I. R de; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V.C. Novel mulite-based ceramics manufactured from inorganic wastes: ii: mechanical behavior. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 195, p. 255 - 259, 2008.

PABST, W; GREGOROVÁ, E; KUTZENDÖRFER, J. Elastic anomalies in tridymite and cristobalite based silica materials. **Ceramics International**, v. 40, p. 4207 - 4211, 2014.

PASA, V. F. **Análise do comportamento de estruturas de concreto reforçado com fibras de aço via método dos elementos finitos**. 2007. 79 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

PASCOAL, C.; PANDOLFELLI, V. C. **Bauxitas Refratárias: Composição Química, Fases e Propriedades – Parte II**. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2000.

PEMBERTON, S. R; et al. The fracture energy of metal fiber reinforced ceramic composites (MFCs). **Composites Science and Technology**, v. 71, p.266 - 275, 2011.

PEREIRA, R.; TORRES, A. A.; AKIYOSHI, M. M.; PANDOLFELLI, V. C. Avaliação das taxas de aquecimento em materiais refratários: comparação entre simulações físicas e cálculos computacionais. **Revista Cerâmica**, v. 48, 2002.

PICCININI, R. B.; THIM, G. P.; BRUNELLI, D. D. Estudo de mulita por espectroscopia de luminescência. In: XII ENCITA – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2006. **Anais eletrônicos**. Disponível em: <<http://www.bibl.ita.br/xiiencita/FUND%2007.pdf>>. Acesso em: 10 jan. 2017.

POUEY, M. T. F. **Beneficiamento da cinza da casca de arroz residual com vistas a produção de cimento composto e/ou pozolânico**. 2006. 173 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2006.

PRASAD, P. V. V.; et al. Influence of high temperature during pre- and post-anthesis stages of floral development on fruit-set and pollen germination in peanut. **Australian Journal of Plant Physiology**, v. 28, p. 233 - 240, 2001.

QUINTELA, M. A.; de MELO, T. M. F.; LAGE, I. J.; PANDOLFELLI, V. C.; ROFRIGUES, J. A. Análise da resistência ao choque térmico de refratários contendo carbono. **Cerâmica**, v. 47, p. 174 - 179, 2011.

RAAD, H. J. **Influência das Condições de mistura e moldagem na permeabilidade de concretos refratários aluminosos**. Pós Graduação em Construção Civil - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.

RAMBO, D. A. S. **Concretos auto adensáveis reforçados com fibras de aço híbridas: aspectos materiais e estruturais**. Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

RIBEIRO, M. J; FERREIRA, J. M; LABRINCHA, J. A. Plastic behavior of different ceramic pastes processed by extrusion. **Ceramics International**, v. 31, p. 515 - 519, 2005.

SADIK, C.; EL AMRANI, I. E.; ALBIZANE, A. Recent advances in silica-alumina refractory: A review. **Journal of Asian Societies**, 2014.

SALIH, A. A.; MOHAMMED, H.A. Effect of steel fibers on the properties of refractory free cement concrete. **Journal of Engineering**, n. 10, v. 18, 2012.

SEBRAE. Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas. **Cerâmica Vermelha**. Estudos de Mercado SEBRAE/ESPM, 2008.

SILVA, C. R. **Aplicação do conceito de maturidade em concreto com adição de cinza de casca de arroz.** 2004. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.

SOBROSA, F. Z.; STOCHERO, N. P.; MARAGON, E.; TIER, M. D. Development of refractory ceramics from residual silica derived from rice husk ash. **Ceramics International**, v. 47, p. 7142-7146, 2017.

SOBROSA, F. Z. **Desenvolvimento de materiais cerâmicos refratários com adição da sílica residual proveniente da queima da casca de arroz.** 2014. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2014.

SOUZA, A.E; et al. Reuse of sugarcane bagasse ash (SCBA) to produce ceramic materials. **Journal of Environmental Management**. v. 92, p. 2774-2780, 2011.

SOUZA, S. J. G. **Desenvolvimento de massas cerâmicas processadas por via seca com matérias-primas no norte fluminense visando aplicação em revestimento poroso.** 2008. 65 f. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, 2008.

SOUZA, M. F.; BATISTA, P. S.; REGIANI, I.; LIBORIO, L. B. J.; SOUZA, F. P. D. Rice hull-derived silica: applications in portland cement and mulite whiskers. **Materials Research**, v. 3, n. 2, p. 25 - 30, 2000.

STOCHERO, N. P. **desenvolvimento de cerâmica refratária com fibra de aço e sílica residual proveniente da queima da casca de arroz.** 2015. 66 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2015.

VIVALDINI, D.O; et al. Revisão: fundamentos e materiais para o projeto da microestrutura de isolantes térmicos refratários de alto desempenho. **Cerâmica**, v. 60, p. 297-309, 2014

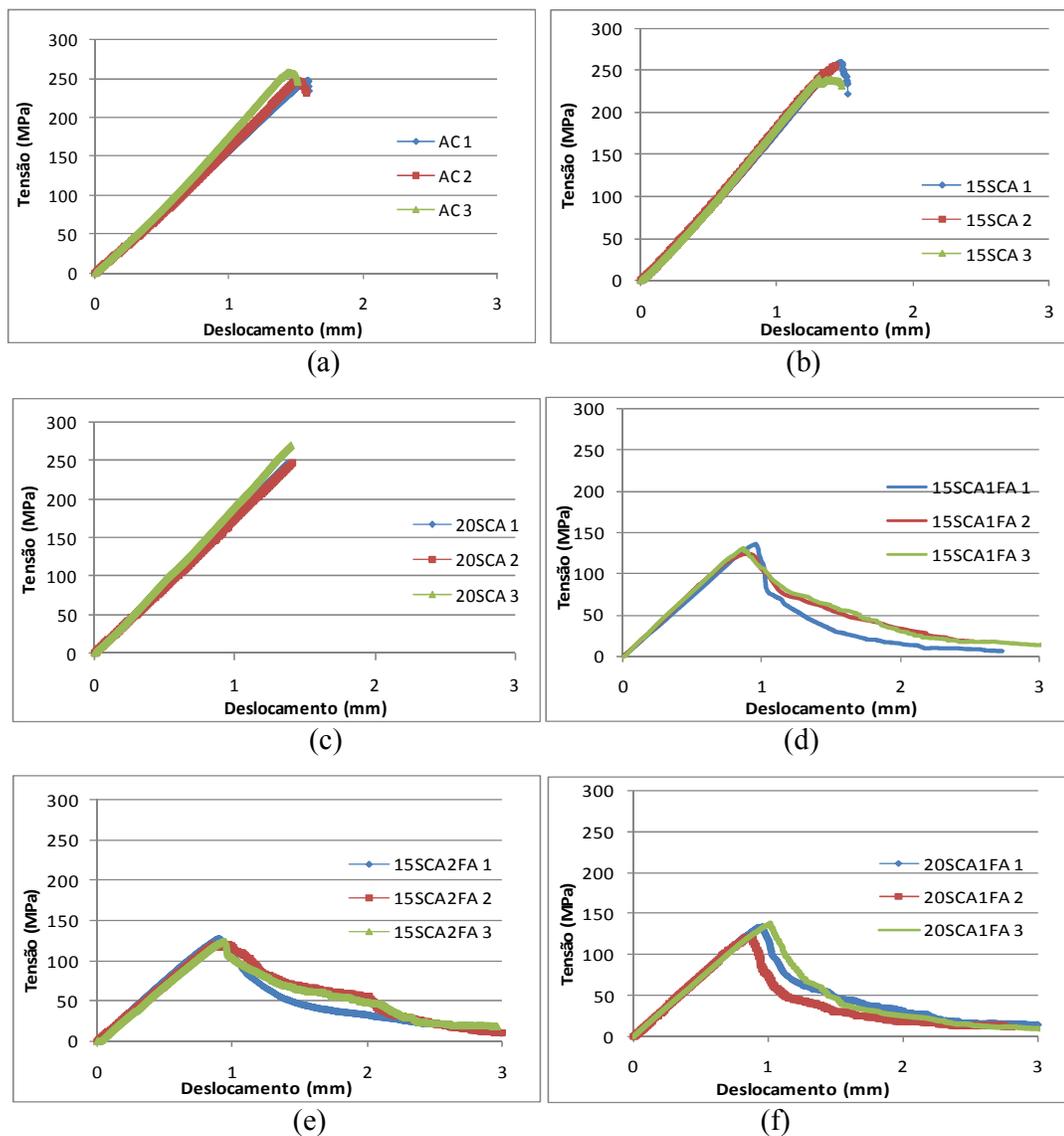
ZHANG, J.; et al. Effect of mulite fiber content on the microstructure and properties of porous mulite fiber/silica composite. **Ceramics International**, v. 42, p. 6520 - 6524, 2016.

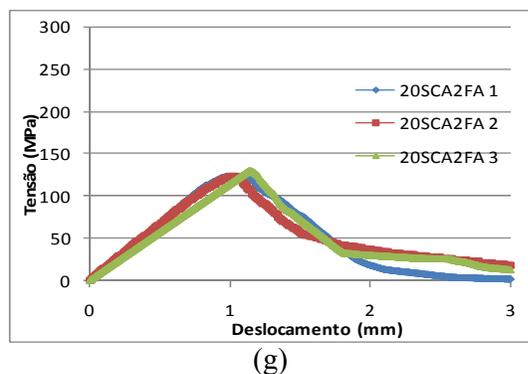
WEBER, S. L. **Metodologia para obtenção de sílica de elevada reatividade para uso em concreto de alto desempenho a partir do processamento de cinza da casca de arroz.** 2001. 58 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

## ANEXO A – Gráficos em triplicata

Neste anexo são apresentados os gráficos contendo as curvas individuais dos corpos de prova ensaiados à compressão e à flexão em três pontos.

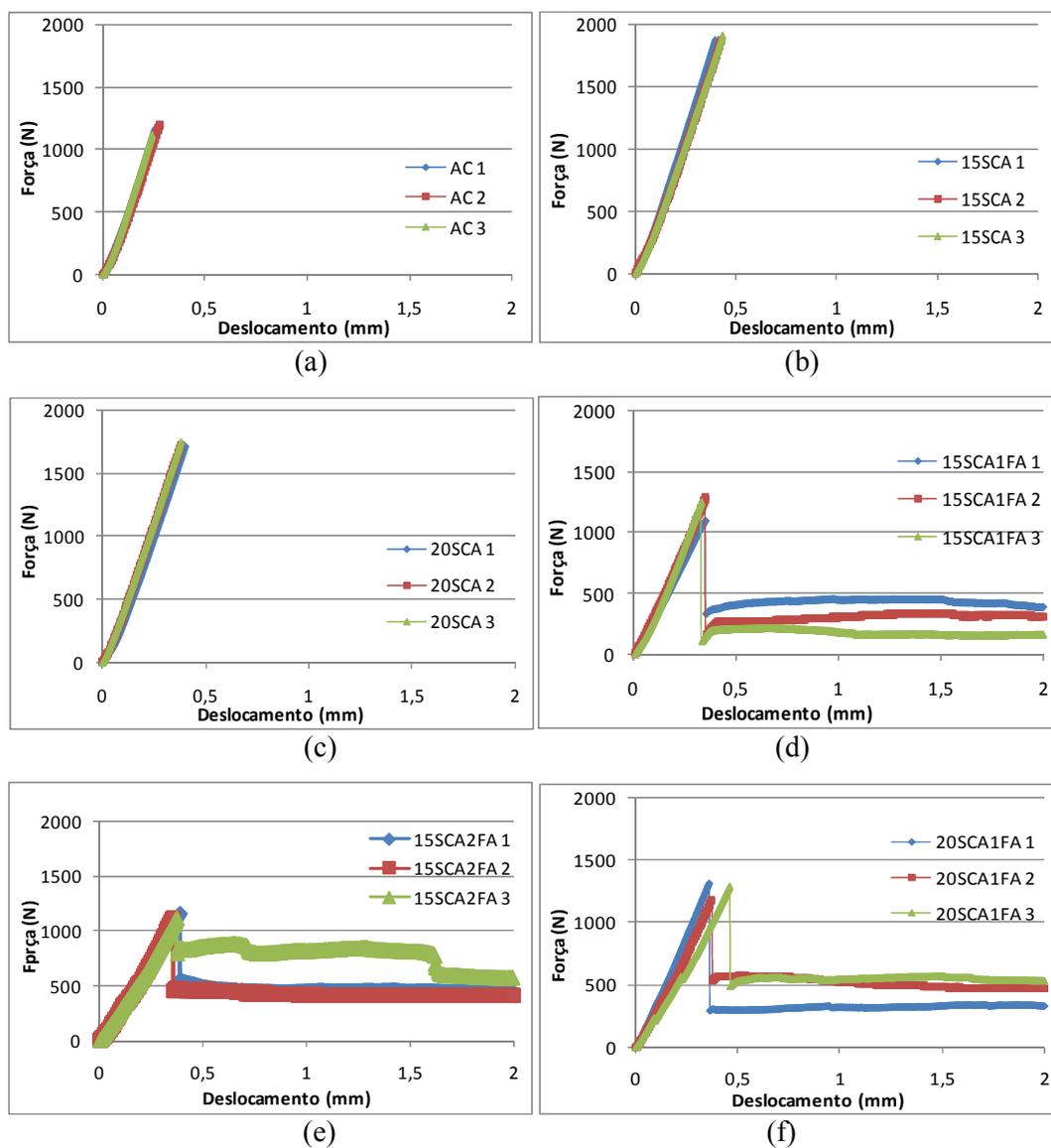
Figura 0.1 – Gráficos obtidos do ensaio resistência à compressão: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20SCA1FA; (g) 20SCA2FA

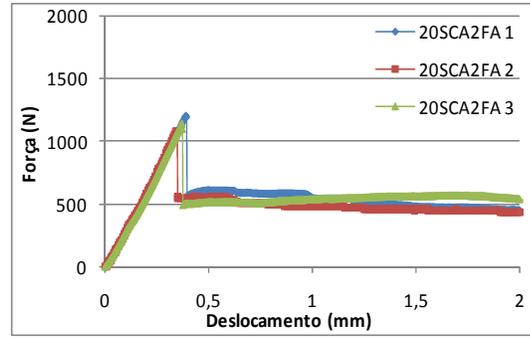




Fonte: Própria Autora

Figura 0.2 – Gráficos obtidos do ensaio resistência à flexão em três pontos: (a) AC; (b) 15SCA; (c) 20SCA; (d) 15SCA1FA; (e) 15SCA2FA; (f) 20SCA1FA; (g) 20SCA2FA





(g)

Fonte: Própria Autora