

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA**

ALESSANDRO DA SILVA NUNES

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS REFRAATÁRIAS COM SUBSTITUIÇÃO
DA ARGILA REFRAATÁRIA POR SÍLICA DA CASCA DE ARROZ, MICROFIBRAS
CERÂMICAS E FIBRAS DE AÇO: CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES
FÍSICAS, MECÂNICAS E TÉRMICAS**

**Alegrete
2017**

ALESSANDRO DA SILVA NUNES

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS REFRAATÁRIAS COM SUBSTITUIÇÃO
DA ARGILA REFRAATÁRIA POR SÍLICA DA CASCA DE ARROZ, MICROFIBRAS
CERÂMICAS E FIBRAS DE AÇO: CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES
FÍSICAS, MECÂNICAS E TÉRMICAS**

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 Durlo Tier

Coorientador: Prof. Dr. Ederli Marangon

**Alegrete
2017**

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) .

N972 Nunes, Alessandro da Silva
Desenvolvimento de cerâmicas refratárias com
substituição da argila refratária por sílica da casca de
arroz, microfibras cerâmicas e fibras de aço:
caracterização das propriedades físicas, mecânicas e
térmicas / Alessandro da Silva Nunes.
116 p.

Dissertação (Mestrado)-- Universidade Federal do
Pampa, MESTRADO EM ENGENHARIAS, 2017.
"Orientação: Marco Antonio Durlo Tier".

1. Refratários. 2. Sílica da casca de arroz. 3.
Fibras de aço. I. Título.

ALESSANDRO DA SILVA NUNES

DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS REFRAATÁRIAS COM SUBSTITUIÇÃO DA ARGILA REFRAATÁRIA POR SÍLICA DA CASCA DE ARROZ, MICROFIBRAS CERÂMICAS E FIBRAS DE AÇO: CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS, MECÂNICAS E TÉRMICAS

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:



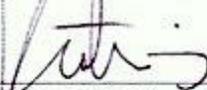
Prof. Dr. Marco Antonio Durlo Tier
Orientador / UNIPAMPA



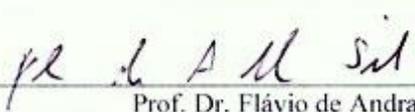
Prof. Dr. Edelí Marangon
Coorientador / UNIPAMPA



Prof. Dra. Ana Cláudia Costa
Examinador / UNIPAMPA



Prof. Dr. Luis Eduardo Kostas
Examinador / UNIPAMPA



Prof. Dr. Flávio de Andrade Silva
Examinador / PUC - Rio

RESUMO

O presente trabalho tem o objetivo de desenvolver novos materiais cerâmicos refratários, através do aproveitamento de resíduos derivados da geração de energia elétrica a partir da queima da casca de arroz. Microfibras cerâmicas foram introduzidas com o intuito de melhorar a resistência ao choque térmico. Os corpos de prova foram produzidos pelo método de prensagem uniaxial (20MPa), com substituição da argila refratária por sílica da casca de arroz (20%), e microfibras cerâmicas (20%) ou fibras de aço (1,9%, 3,8% e 5,6%). A sinterização ocorreu na temperatura de 1300° C. As propriedades físicas foram avaliadas através dos ensaios de porosidade aparente, absorção de água, densidade de massa, retração linear de queima, variação de massa e condutividade térmica. As propriedades mecânicas foram avaliadas pelos ensaios de resistência à compressão e resistência à flexão em três pontos. As propriedades térmicas foram avaliadas pelo ensaio de resistência ao choque térmico. As análises de XRD mostraram que houve transformação de parte da sílica presente na mistura em mulita e o restante permaneceu como quartzo. Além disso, a adição de sílica de casca de arroz resultou em uma microestrutura com baixa porosidade, alta retração de queima e elevada resistência mecânica. As cerâmicas com fibras apresentaram porosidade elevada, menor retração de queima e menor condutividade térmica do que a cerâmica de referência. Relativamente à resistência ao choque térmico, as cerâmicas com fibras de aço apresentaram desempenho significativamente superior em relação às cerâmicas sem fibras.

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

ABSTRACT

This study aims to develop new refractory ceramic materials, through the use of waste resulting from the electricity generation from rice husk burning. Ceramic microfibers were introduced with the aim of improving the resistance to thermal shock. The samples are produced by uniaxial pressing method (20MPa), by replacing refractory clay for ashes of rice husks (20%), ceramic microfibers (20%), and steel fiber (1,8%, 3,8% and 5,6%). The sintered occurred at temperature of 1300° C. Samples physical properties will be evaluated through the apparent mass density tests, apparent porosity, water absorption, linear shrinkage after burning, mass variation and thermal conductivity. The mechanical properties are evaluated by the compressive strength test and three points flexural test. The thermal properties will be evaluated by the thermal shock resistance test. XRD analyzes showed that some silica was present in the mullite mixture and the rest remained as quartz. The results show that the addition of SCA resulted in a microstructure with low porosity and with high firing shrinkage. The ceramics with fibers presented high porosity and low firing shrinkage and thermal conductivity, even, lower than the reference ceramic. The ceramics with SCA presented high mechanical resistance, while the ceramics with steel fibers had more ductile behavior. Regarding the thermal shock resistance, the ceramics with steel fibers presented a significantly superior performance in relation to the ceramics without fibers.

Keywords: Refractory, silica from rice husk, steel fiber.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Produção nacional e estadual de arroz	16
Figura 2 - Diagrama de fases para o sistema sílica-alumina	25
Figura 3 - Propriedades de materiais refratários com baixa porosidade.....	27
Figura 4 - Esquema de concentração de tensões	30
Figura 5 - Compósitos reforçados com altos e baixos volumes de fibras e sem fibras.....	31
Figura 6 - Perfil de tensão em uma matriz cerâmica em função do comprimento da fibra.....	32
Figura 7 - Processo global de fissuração de um compósito reforçado com fibras de aço	35
Figura 8 - (a) Microfibras cerâmicas, (b) mantas cerâmicas e (c) placas cerâmicas.....	39
Figura 9 - Fluxograma do procedimento experimental	41
Figura 10 - Argila caulim	42
Figura 11 - Sílica da casca de arroz.....	43
Figura 12 - Microfibras cerâmicas.....	45
Figura 13 - Fibras de aço inox	46
Figura 14 - Curva granulométrica da argila caulim e da SCA	48
Figura 15 - Difrátômetro de raios X	48
Figura 16 - Etapas da mistura das matérias-primas	52
Figura 17 - (a) Matriz para CPs prismáticos e (b) Matriz para CPs de placas	53
Figura 18 - (a) Prensa EMIC (200kN) e (b) Prensa EMIC (1,5MN).....	53
Figura 19 - Extração dos corpos de prova	55
Figura 20 - Câmara climática	56
Figura 21 - Corpos de prova dentro da estufa	56
Figura 22 - Rampa de aquecimento do processo de sinterização	57
Figura 23 - Forno simulador de queima para cerâmica.....	58
Figura 24 - Dimensões típicas dos corpos de prova após a sinterização.....	58
Figura 25 - Equipamentos utilizados para os ensaios de DM, PA e AA.....	61
Figura 26 - (a) Equipamento medidor de condutividade térmica.....	62
Figura 27 - Instrumentação do ensaio de resistência à compressão	64
Figura 28 - Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de compressão (mm).....	64
Figura 29 - Capeamento dos corpos de prova para o ensaio de compressão.....	65
Figura 30 - Equipamento para realizar o ensaio de flexão em três pontos.....	66
Figura 31 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV)	66
Figura 32 - (a) Metalizadora de amostras e (b) amostras metalizadas	67

Figura 33 - Espectro de difração de raio-x da SCA.....	70
Figura 34 - Resultados das análises de difrações de raio-x antes da sinterização	71
Figura 35 - Resultados das análises de difrações de raio-x após a sinterização	73
Figura 36 - Resultados de PA, AA e DM	75
Figura 37 - Resultados médios de retração linear de queima e variação de massa	77
Figura 38 - Resultados médios de condutividade térmica	79
Figura 39 - Resultados médios do limite de resistência à compressão.....	82
Figura 40 - Curvas típicas de compressão, Tensão vs Deslocamento	83
Figura 41 - Resultados médios de tenacidade para as diferentes cerâmicas	85
Figura 42 - Corpos de prova após a ruptura à compressão.....	86
Figura 43 - Resistência à tração média na flexão em três pontos.....	87
Figura 44 - Curvas típicas de flexão Carga vs Deslocamento	88
Figura 45 - Resultados médios de tenacidade para as diferentes cerâmicas	89
Figura 46 - Modo de fratura no ensaio de tração na flexão em três pontos	90
Figura 47 - Micrografias obtidas em MEV com magnificação de 100 X	92
Figura 48 - Micrografias obtidas em MEV com magnificação de 500 X	93
Figura 49 - Micrografias obtidas em MEV com magnificação de 1000 X	94
Figura 50 - Casos típicos de fissuramento e fratura dos CPs sem fibras de aço	97
Figura 51 - Casos típicos de fissuramento e fratura dos CPs com fibras de aço.....	98
Figura 52 - Análise estatística dos resultados de: (a) PA, (b) AA e (c) DM.....	112
Figura 53 - Análise estatística dos resultados de: (a) RLQ e (b) VM	113
Figura 54 - Análise estatística dos resultados de condutividade térmica	113
Figura 55 - Análise estatística dos resultados de resistência à compressão	114
Figura 56 - Análise estatística dos resultados de resistência à flexão	114
Figura 57 - Curvas obtidas no ensaio de compressão.....	115
Figura 58 - Curvas obtidas no ensaio de flexão.....	116

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Consumo de refratários no Brasil por setor produtivo	22
Tabela 2 - Previsão de produção, importação, exportação e consumo dos refratários.....	23
Tabela 3 - Participação das empresas de refratários no mercado brasileiro.....	23
Tabela 4 - Classificação de alguns materiais refratários quanto à natureza química	24
Tabela 5 - Composição química da argila caulim	43
Tabela 6 - Composição química da sílica da casca de arroz	44
Tabela 7 - Composição química das microfibras cerâmicas	45
Tabela 8 - Composição química fibra de aço inox	46
Tabela 9 - Características da fibra de aço.....	47
Tabela 10 - Nomenclatura das cerâmicas refratárias.....	49
Tabela 11 - Propriedades Físicas das Amostras	74
Tabela 12 - Resultados médios e desvios padrões de RLQ e VM.....	77
Tabela 13 - Resultados médios de condutividade térmica	79
Tabela 14 - Média e coeficiente de variação do limite de resistência à compressão	81
Tabela 15 - Resultados médios da tenacidade à compressão	84
Tabela 16 - Média e coeficiente de variação da resistência à tração na flexão	86
Tabela 17 - Resultados médios da tenacidade à flexão	89
Tabela 18 - Resultados do ensaio de choque térmico.....	96

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- % – Porcentagem
- AA – Absorção de água
- Al₂O₃ – Óxido de alumina
- CA – Casca de arroz
- CCA – Cinza da casca de arroz
- CPs – Corpos de prova
- CPE – Cone Pirométrico Equivalente
- CT – Condutividade térmica
- d_f – Diâmetro das fibras
- DM – Densidade de massa
- F_f – Fator de forma
- g – Gramas
- Ir – Índice de reforço
- kg – Quilograma
- kt – Quilotonelada
- L – Comprimento da fibra
- L_c – Comprimento crítico da fibra
- PA – Porosidade aparente
- PNM – Plano nacional de mineração
- RLQ – Retração linear de queima
- SCA – Sílica da casca de arroz
- SiO₂ – Óxido de silício
- t – Tonelada
- V_f – Volume de fibras
- VM – Variação de massa
- σ_{fu} – Resistência à tração da fibra
- mm – Milímetros
- cm – Centímetros
- RCT – Resistência ao choque térmico
- XRD – Difração de raios X

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
1.1 Objetivos.....	14
1.2 Justificativa da Pesquisa	14
1.3 Estrutura da Dissertação	15
2 REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1 Cinza da Casca do Arroz – Aspectos Gerais.....	16
2.2 Aplicações da Sílica da Casca de Arroz.....	18
2.3 Materiais Refratários	21
2.4 Compósitos Reforçadas com Fibras Metálicas	29
2.5 Microfibras Cerâmicas.....	38
3 MATERIAIS E MÉTODOS	41
3.1 Matérias-Primas	42
3.2 Caracterização das Matérias-Primas.....	47
3.3 Fabricação dos Corpos de Prova.....	49
3.4 Caracterizações dos Corpos de Prova	59
3.5 Análise Física	59
3.6 Ensaio Mecânicos	63
3.7 Ensaio Térmico	68
3.8 Análise Estatística.....	69
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	70
4.1 Difração de Raios X.....	70
4.2 Ensaio Físicos	74
4.3 Ensaio Mecânicos	81
4.4 Ensaio Térmico	95
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	100
5.1 Conclusões	100
5.2 Sugestões para trabalhos futuros	100
REFERÊNCIAS	102
APÊNDICE I – Análises estatísticas dos ensaios	112
APÊNDICE II – Curvas do ensaio de compressão	115
APÊNDICE III – Curvas do ensaio de flexão	116

1 INTRODUÇÃO

Nos dias atuais existe uma preocupação por parte dos empresários, governantes e ambientalistas com a grande quantidade de resíduos industriais e agroindustriais. O aproveitamento de resíduos é visto, hoje em dia, como uma atividade complementar, que contribui para melhorar as propriedades dos produtos, diminuir os custos de fabricação e minimizar os problemas ambientais. Neste ponto de vista, o alvo principal é aproveitar os resíduos industriais no próprio processo produtivo ou como matéria-prima para produção de outros materiais.

Do processo de beneficiamento do arroz tem-se como resíduo a casca de arroz (CA), que há poucos anos não possuía nenhuma finalidade e era depositada em lugares inapropriados, como a céu aberto ou em leitos de rios, contribuindo para a poluição do ar e a contaminação das águas.

O alto poder calorífico da CA, 800 kW h/ton (PODE, 2016), chamou a atenção de pesquisadores e empresários. Por esse motivo, a CA surgiu como alternativa para ser utilizada como combustível para geração de energia elétrica através de microcentrais termoelétricas.

Mediante a queima da casca de arroz, é gerada a cinza da casca de arroz (CCA), que apresenta a particularidade de ser composta principalmente de sílica (SiO_2), variando entre 80% e 95% (ONOJAH; AGBENDEH; MBAKAAAN, 2013).

Quando a CCA é produzida com processo de queima controlado, ela desperta interesse comercial, pois apresenta estrutura predominante amorfa, propriedade pozolânica, e é rica em sílica (SiO_2). A cinza, quando rica em sílica, oferece boas propriedades, como baixa condutividade térmica, alto ponto de fusão (cerca de 1440°C) e boa resistência aos ataques químicos (GONÇALVES; BERGMANN, 2007; ONOJAH; AGBENDEH; MBAKAAAN, 2013).

A aplicação da CCA na construção civil já é uma realidade. Contudo, seu uso em outros ramos da indústria ainda não é significativo (VISHWAKARMA et al., 2016). Devido às suas propriedades, grande disponibilidade e baixo custo, a aplicação da CCA deve ser diversificada em outros ramos industriais.

Segundo Foletto et al. (2005), a CCA possui aplicabilidade em ramos como indústria de polímeros, indústria química, indústria cerâmica, eletrônica, entre outros. Ugheoke et al. (2013) relatam que para aplicações na indústria eletrônica e em painéis solares a CCA deve apresentar alto grau de pureza ($>98\%$).

A indústria cerâmica apresenta um grande potencial para a inserção da CCA como fonte de sílica, seja como componente principal ou secundário, podendo, assim, solucionar o problema da disposição das cinzas no meio ambiente (KAZMI et al., 2016).

Os refratários são um importante grupo dos materiais cerâmicos capazes de suportar elevadas temperaturas sem fusão ou decomposição. Em sua classificação, estão presentes os refratários ácidos, que são ricos em sílica, e estão distribuídos entre silicosos (classificados de acordo com o teor de SiO_2) e os sílico-aluminosos (classificados quanto ao teor de Al_2O_3 mais SiO_2) (NBR 10237, 2014).

Sendo assim, nota-se que existe a possibilidade de adicionar a CCA, como fonte de sílica, em massas cerâmicas. Os autores Farooque et al. (2009) relatam que com a adição de 10% de CCA é possível fabricar isolantes térmicos para aplicações em secadores e fornos. Sobrosa et al. (2017) relata que teores de 20%, em volume, resultam em um aumento na resistência mecânica, mas, por outro lado, reduzem a resistência ao choque térmico de tijolos refratários.

Levando-se em conta que a fragilidade inerente às cerâmicas é a principal limitação para diversas aplicações, Pemberton et al. (2011) descrevem diferentes tentativas de introduzir partículas ou constituintes nas cerâmicas, com o objetivo de aumentar sua ductilidade. Em geral, o constituinte que apresenta melhor desempenho são as fibras de aço. Diversos estudos confirmam que as fibras de aço melhoram as propriedades mecânicas e termomecânicas de matrizes frágeis (CAILLEUX; CUTARD; BERNHART, 2002; BOTERO et al., 2009; IQBAL et al., 2016).

Outro material que possui boas propriedades e quando inserido como reforço em matrizes refratárias pode melhorar as propriedades termomecânicas da matriz são as microfibras cerâmicas. As microfibras cerâmicas possuem como principal propriedade a baixa condutividade térmica e, quando inseridas em uma matriz cerâmica refratária, podem favorecer as suas propriedades térmicas, além de serem uma potencial fonte de alumina, que, por sua vez, contribui para a formação da fase cristalina mulita, uma vez que possui alumina (52%-54%) e sílica (42%-46%) em sua composição.

Este novo material, em acordo com os objetivos deste trabalho, tem como finalidade diversas aplicações: revestimento em fornos de laboratórios e industriais, isolamento térmico, caldeiras, siderúrgicas entre outros.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

O presente estudo tem por objetivo principal desenvolver novos materiais cerâmicos refratários, produzidos com a sílica proveniente da queima da casca de arroz com o propósito de aumentar a resistência mecânica, fibras de aço com a finalidade de aumentar a ductilidade e a resistência ao choque térmico e as microfibras cerâmicas com a intenção de melhorar as propriedades térmicas.

1.1.2 Objetivos Específicos

1. Fabricar materiais cerâmicos refratários com substituição da argila caulim, em volume, por 20% de sílica, 20% de microfibra cerâmica ou 1,9%, 3,8% e 5,6% de fibras de aço;
2. Avaliar as propriedades físicas, mecânicas e térmicas dos corpos de prova cerâmicos;
3. Definir a composição ótima dos corpos de prova em termos de resistência mecânica e refratariedade;
4. Produzir tecnologia, em nível laboratorial, para o desenvolvimento de materiais cerâmicos refratários.

1.2 Justificativa da Pesquisa

Um dos objetivos da criação da Universidade Federal do Pampa foi o desenvolvimento da região onde ela está inserida, no caso a Região Sul, Campanha e Fronteira Oeste do Rio Grande do Sul.

Dentro desse contexto, a Fronteira Oeste do estado é uma grande produtora de arroz, desempenhando papel estratégico tanto no aspecto econômico quanto social.

Com a perspectiva de aumento da produção para os próximos anos, é indispensável uma pesquisa direcionada ao resíduo dessa atividade agrícola.

A geração de energia através da biomassa de casca de arroz vem ganhando representatividade na matriz energética regional, pois é uma alternativa viável do ponto de vista tecnológico, econômico e ecológico.

Sendo assim, destaca-se a necessidade de pesquisar materiais que apresentem melhores propriedades (físicas, mecânicas e térmicas) a partir da aplicação da CCA. Ao utilizar esse resíduo para a fabricação de um novo produto, pretende-se fechar o ciclo industrial do arroz com resíduo zero.

1.3 Estrutura da Dissertação

O presente trabalho é composto por cinco capítulos, organizados da seguinte forma:

Capítulo 1 – Introdução: apresenta a importância do tema, os objetivos propostos e a justificativa da pesquisa.

Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica: aborda os aspectos gerais do arroz, como casca, cinza e suas aplicações, assim como pesquisas utilizando sílica, fibras metálicas e microfibras cerâmicas e também materiais refratários e materiais compósitos.

Capítulo 3 – Materiais e Métodos: são descritas as matérias-primas e a metodologia empregada na produção das cerâmicas refratárias, assim como cada ensaio realizado no programa experimental.

Capítulo 4 – Resultados e Discussões: são apresentados os principais resultados das propriedades físicas, mecânicas e térmicas das amostras e é realizada uma discussão com o objetivo de explicar tais propriedades.

Capítulo 5 – Considerações Finais: são apresentadas as principais conclusões do trabalho e as sugestões para trabalhos futuros.

A dissertação é finalizada com a apresentação das referências bibliográficas utilizadas para a elaboração deste trabalho e os Apêndices.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo serão apresentados os principais conceitos e as principais pesquisas associados com o tema desta dissertação.

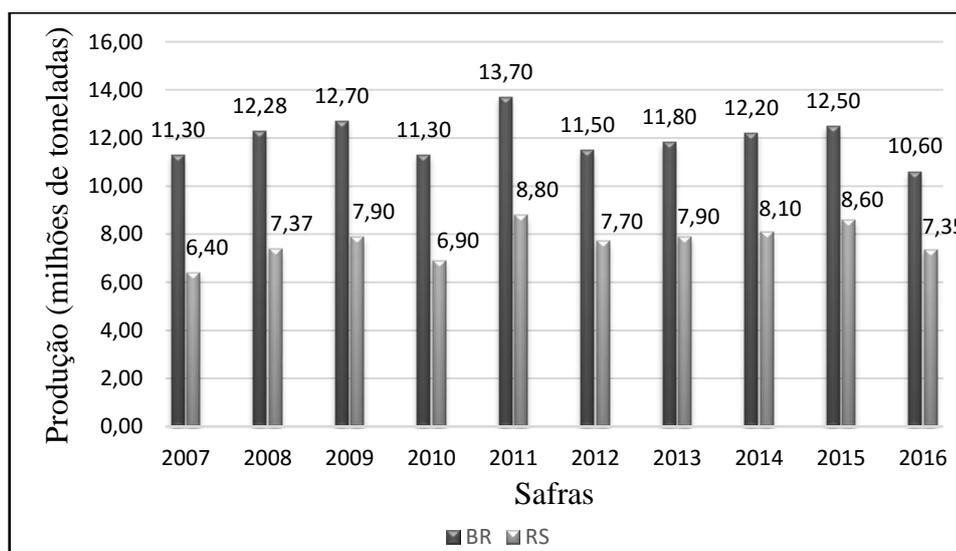
2.1 Cinza da Casca do Arroz – Aspectos Gerais

Soltani et al. (2015) aponta que a produção mundial de arroz é estimada em 500 milhões de toneladas ao ano. Segundo dados da CONAB (2016), o Brasil figura entre os dez maiores produtores de arroz no mundo, com produção no ano de 2016 de 10,6 milhões de toneladas. Do total da produção nacional, o Estado do Rio Grande do Sul é responsável por aproximadamente 7,35 milhões de toneladas, o que equivale a 69,00%.

Entre as principais regiões produtoras no estado, destaca-se a Fronteira Oeste com 28,46% da produção total, seguida pela região da Zona Sul com 19,08% e a Campanha com 15,18 % (IRGA, 2016).

A produção de arroz no Brasil e no Rio Grande do Sul a partir do ano de 2007 está ilustrada na Figura 1. Nota-se que o país e o estado (RS) apresentam uma produção consistente ao longo dos anos, com exceção da safra 2015/2016, em que houve uma redução na área plantada, causada pelo excesso de chuvas, refletindo em queda na produção.

Figura 1 - Produção nacional e estadual de arroz



Fonte: Adaptado de CONAB (2016)

De acordo com Andreola et al. (2013), do peso total do arroz pode-se considerar que 20% correspondem somente à casca (CA). Levando-se em conta a produção média de arroz no RS nos últimos dez anos, tem-se uma produção anual de 1,54 milhão de toneladas de CA.

He et al. (2013) relatam que os principais constituintes da casca de arroz representam aproximadamente 40% de celulose, 30% de lignina e 20% de sílica. O restante da composição constitui os resíduos inorgânicos (SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O , MgO , CaO , Fe_2O_3 , MnO , P_2O_5).

Considerando valores médios, a massa específica a granel da casca de arroz é de 101 kg/m^3 , a massa específica aparente é de 900 kg/m^3 e a massa específica absoluta é de 1400 kg/m^3 (AGOPYAN, 1991).

Avaliando-se que o Rio Grande do Sul possui uma produção média (últimos 10 anos) de 1,54 milhão de toneladas de casca de arroz por ano e, supondo-se a queima de toda essa casca, a quantidade média anual de cinza de casca de arroz (CCA) produzida no estado será de 308,08 mil toneladas, que corresponde a 20% do peso da casca (SOLTANI et al., 2015).

Existem duas formas comumente empregadas para obtenção da CCA: por lixívia em meio ácido e calcinação direta com faixa de temperatura controlada (400°C e 700°C).

a) Lixívia em meio ácido: Ocorre um processo de lixívia por meio de ataques ácidos com a intenção de remover contaminantes derivados de metais alcalinos e alcalinos terrosos presentes na CA, este método é seguido pela calcinação em temperatura controlada (em média 600°C) com o objetivo de retirar o carbono residual e outras impurezas indesejadas. Este método proporciona como principal vantagem o maior teor de sílica presente na CCA (SOARES et al., 2012).

b) Calcinação direta com temperatura controlada: Este é o método mais simples e por isso o mais utilizado em nível industrial. O processo consiste em queimar a casca com temperaturas controladas que variam de 400°C a 700°C , por tempos também controlados, entre 1 e 30 horas. O produto resultante deste processo é a CCA (amorfa) com variações na sua coloração, entre o preto, cinza e o branco rosado. As alterações na cor estão aliadas à combustão e também com as transformações que acontecem no material quando exposto à variação de temperatura. Quanto maior o teor de carbono, mais escura será a CCA (POUEY, 2006).

O parâmetro de maior influência nas características físicas e químicas da CCA está associado à temperatura, tempo e tipo de queima (CHANDRASEKHAR; PRAMADA; MAJEED, 2006).

A CCA pode ser classificada em duas categorias: a CCA produzida com temperatura de queima controlada e a CCA residual, que é produzida sem o controle de temperatura (HOPPE, 2008). A diferença entre a CCA produzida com controle de temperatura e a CCA residual é

basicamente o teor de material amorfo das cinzas, uma vez que, quando a temperatura de queima da CCA é baixa ou quando o tempo de exposição da mesma a altas temperaturas é pequeno, a estrutura do material é predominantemente amorfa (BARBOSA, 2006).

Chandrasekhar, Pramada e Majeed (2006) afirmam que as temperaturas de calcinação da CA devem situar-se abaixo de 800° C para a obtenção de sílica amorfa, enquanto que para temperaturas acima de 900° C ocorre a formação de sílica cristalina. Verifica-se que, de acordo com o tempo e a temperatura de calcinação da CA e as impurezas presentes, a sílica presente na CCA permanece na fase amorfa ou é transformada em suas várias formas polimórficas, quartzo, tridimita ou cristobalita.

Muitas vezes as definições de cinza da casca de arroz (CCA) e sílica da casca de arroz (SCA) são confundidas. A primeira é derivada da queima da casca de arroz sem nenhum controle, produzindo um material sem propriedades químicas e físicas definidas. Já a sílica da casca de arroz refere-se a um material produzido com controle de temperatura e tempo de queima, bem como a utilização de um forno apropriado para proporcionar uma queima homogênea, resultando em um material com alto teor de sílica, superior a 90%, e estrutura cristalina predominantemente amorfa. Baseado nesta definição, a partir de agora será utilizado somente o termo “sílica da casca de arroz” (SCA).

2.2 Aplicações da Sílica da Casca de Arroz

Bondioli et al. (2010) relatam que a presença de sílica na CCA é conhecida desde 1938 e, por isso, existe uma extensa bibliografia sobre o uso da SCA como substituição de sílica. Os dois maiores usos são como substituição da matéria-prima de tijolos isolantes, aplicados em fábricas de aço, e como pozolana na indústria de cimento.

Della, Kühn e Hotza (2001) realizaram a caracterização da SCA para aplicação como matéria-prima na fabricação de refratários de sílica. A análise química revelou um percentual bastante elevado de SiO₂, chegando a 96,65%, sendo detectadas pequenas quantidades (menos que 1%) dos óxidos K₂O, CaO e P₂O₅, que são considerados indesejáveis em materiais refratários, pois são formadores de fase vítrea. A análise mineralógica apontou estrutura predominantemente amorfa, e a densidade picnométrica apresentou valores médios de 59% do valor encontrado para a sílica vítrea (sílica comercial), indicando que a SCA é mais leve, ou seja, mais porosa em relação à sílica vítrea. Por fim, o trabalho conclui que as propriedades encontradas na SCA são indicativas de sua potencialidade para a fabricação de refratários ricos em sílica.

Menezes et al. (2008) analisaram a utilização da SCA e do acetato de alumínio para produção de corpos mulíticos porosos. Foram produzidos corpos de prova com porosidade aparente superior a 48% após a sinterização em 1500° C. As micrografias evidenciam que a forma e a quantidade de poros dependem da temperatura de sinterização. Muitas vezes, temperaturas de sinterização inferiores (1500° C) não resultam em predominância de mulita, sendo necessária a utilização de precursores altamente reativos. Assim, destaca-se a capacidade da SCA em aplicações que necessitam de grande reatividade das matérias-primas. Os autores concluem que a SCA é uma matéria-prima com potencial para ser aplicada na fabricação de refratários e também relatam que a porosidade do produto final é diretamente relacionada à temperatura de sinterização.

Farooque et al. (2009) investigaram o potencial de utilização da SCA no desenvolvimento de materiais de construção, e concluíram que podem ser produzidos tijolos com adição de 10% de SCA, com possibilidade de uso na construção civil, e tijolos isolantes de baixo custo com adição de SCA para aplicação em secadores, fogões e fornos.

Sembiring e Simanjuntak (2012) estudaram a síntese de refratários com estrutura mulítica utilizando a SCA como fonte de sílica. As amostras foram submetidas ao tratamento de sinterização em temperaturas entre 900 e 1300° C. Os resultados mostram que o início da formação da mulita ocorre em 1000° C e sua quantidade aumenta com o aumento da temperatura. Nesta faixa de temperatura também se observavam cristobalita e alumina. A conclusão deste trabalho indica que a SCA é um possível material para a síntese de refratários.

Kumar et al. (2014) realizaram uma pesquisa estudando os efeitos da adição de sílica ativa em cerâmicas refratárias. A sílica ativa é decorrente do processo de fabricação do silício metálico ou ferro silício e apresenta características físicas e químicas muito parecidas com a SCA. Foram utilizadas as porcentagens de 5%, 7,5% e 10% de sílica ativa. As amostras com 7,5% e 10% de sílica apresentaram os maiores valores de resistência à compressão, sinterizados à temperatura de 1300° C. Sendo o valor mais elevado de resistência à compressão das amostras com 10% de sílica, devido à maior quantidade de intertravamento de cristais da fase mulita. Esse fenômeno está relacionado com as ligações iônicas e covalentes desenvolvidas pela alta temperatura de sinterização.

Kumar et al. (2014) também realizaram a análise de resistência ao choque térmico, com têmpera em água. Relatam que os melhores resultados foram obtidos em amostras com 7,5% e 10% de sílica, sinterizados à temperatura de 1300° C. Isto se explica pela ausência de sílica livre na microestrutura e também pela boa distribuição da fase mulita oriunda da reação da sílica e

alumina. As amostras sinterizadas a 1100° C apresentaram menores valores de resistência ao choque térmico devido à ausência de mulita.

Serra et al. (2016) realizaram um estudo sobre a obtenção de mulita por reação de sinterização de SCA e alumina. O material cerâmico desenvolvido dá subsídios para a concepção de mulita cerâmica com microestrutura porosa ou densa, com aplicações estrutural, isolante e de filtragem, empregando como únicas matérias-primas a SCA e a alumina calcinada.

Gonçalves e Bergmann (2007) pesquisaram materiais isolantes térmicos obtidos com a utilização da SCA e constataram que a condutividade térmica dos isolantes térmicos com SCA é baixa, mas maior que a condutividade térmica de isolantes térmicos comerciais, feitos à base de sílica diatomácea, usados como referência. A presença de fase vítrea observada nos isolantes térmicos com SCA é fundamental para a sua condutividade térmica baixa.

Sembiring et al. (2016) realizaram um estudo com o objetivo de investigar o efeito da temperatura de sinterização na formação de fases cristalinas e as características físicas de refratários de cordierita preparados a partir de SCA, alumina e óxido de magnésio. Os resultados indicam que a formação de cordierita foi seguida por uma diminuição da densidade, porosidade e do coeficiente de expansão térmica, enquanto que houve um aumento da dureza e da resistência à flexão. Com base nestas características, as amostras foram consideradas isolantes térmicos, e surgem como potencial de utilização em dispositivos refratários.

Sobrosa et al. (2017) desenvolveu materiais cerâmicos refratários com substituição parcial da argila caulim pela SCA em percentuais de 5%, 10% e 20%. Conforme se aumentou a substituição da argila pela SCA, obteve-se melhor empacotamento da mistura granular. Uma maior resistência mecânica foi encontrada para os cerâmicos refratários com substituição de 10% e 20% de argila por SCA. Contudo, o material com 20% de sílica apresentou-se mais frágil e com menor resistência ao choque térmico.

Visando melhorar as propriedades mecânicas e termomecânicas de materiais cerâmicos refratários, Stochero (2015) avaliou o uso de fibras de aço (teores de volumétricos de 3%, 6% e 9%) e SCA (20%) buscando aumentar a ductilidade e melhorar a resistência ao choque térmico de cerâmicos refratários fabricados com argila caulim.

A cerâmica com 9% de fibra obteve melhor desempenho em relação à ductilidade, em razão do maior grau de deformação do material até o momento de ruptura. As cerâmicas com 3% e 6% de fibras apresentaram melhor desempenho frente ao choque térmico. A autora sugere analisar diferentes comprimentos de fibra, para obter maior aderência na matriz, e com isso melhorar suas propriedades mecânicas e termomecânicas.

O maior benefício que se tem em reforçar uma matriz frágil com fibras é o de alterar o seu comportamento após a fissuração. O compósito, ao invés de fragmentar-se após o início da fissura da matriz, pode apresentar uma deformação plástica significativa, transformando o material com comportamento frágil em “pseudodúctil”. Para que isto ocorra, as fibras devem ser adicionadas em volume, comprimento e formatos adequados (CHALIORIS, 2013).

A SCA também pode ser utilizada em outras linhas de pesquisa, como, por exemplo, para a produção de nanotubos. No trabalho de Adam et al. (2010) foi realizada a síntese de nanotubos de silício pelo método simples de sol-gel, utilizando a SCA como fonte de sílica e brometo de cetiltrimetilamônio como agente tensoativo à temperatura ambiente. A calcinação do material ocorreu em 500° C por 5 horas, e resultou em nanotubos com diâmetro externo de 2-4 nm e diâmetro interno de 1-2 nm.

Pesquisadores da Universidade de Tecnologia Nagaoka (Japão) e da Universidade Nacional Chonnam (Coréia do Sul) apresentaram uma forma para produzir um novo tipo de grafeno através da ativação da SCA e do hidróxido de potássio (KOH), à 1123 °K (\approx 850° C). As amostras produzidas são formadas por grafeno cristalino de tamanho nano e grafeno corrugado, ambos com superfícies e arestas lisas de forma atômica. Como conclusão da pesquisa, os autores afirmam que o novo método pode vir a ser uma maneira fácil e barata de produzir grafeno (MURAMATSU et al., 2014).

Santasnachok et al. (2014) utilizaram a SCA como matéria-prima para síntese de Zeólitas Na-A e Na-X. Os autores concluíram que a sílica da casca de arroz pode ser usada para sintetizar Zeólitas puras de Na-A e Na-X. E enfatizam que a capacidade de absorção da Zeólita Na-A foi muito maior do que a da Zeólita Na-X.

Andreola, Barbieri e Bondioli, (2012) investigaram o uso da SCA como fonte de sílica (quartzo) para a preparação de pigmentos cerâmicos e concluíram que os pigmentos obtidos são mais estáveis e apresentaram uma cor vermelha mais intensa do que a cor desenvolvida pelos pigmentos produzidos através de quartzo puro. Andreola et al. (2013) também realizaram pesquisa com aplicação da SCA como fonte de sílica para a fabricação de revestimentos internos, e verificaram que a resistência à flexão teve um leve aumento, chegando a valores equivalentes aos revestimentos comerciais.

2.3 Materiais Refratários

A cerâmica é uma combinação de elementos metálicos e não metálicos. Na maioria das vezes, ela consiste em óxidos, nitretos e carbetos. As ligações atômicas são de natureza

predominantemente iônica e alguma fração covalente. Como consequência, ocorre atração mútua entre os íons negativos e positivos, conferindo, assim, um comportamento mecânico relativamente rígido e resistente (CALLISTER, 2008).

Elas são tipicamente muito duras e, conseqüentemente, susceptíveis à fratura frágil. Possuem a característica de serem isolantes térmicos e elétricos e são mais resistentes a ambientes severos e a altas temperaturas do que os metais e polímeros (BOCH; NIÈPCE, 2007).

Os refratários são uma importante classe de materiais cerâmicos devido às suas aplicações em processos industriais onde são necessárias excelentes propriedades térmicas, resistência à corrosão, abrasão e choque térmico (IBAR, 2016).

A principal aplicação desses materiais é na indústria siderúrgica de ferro e aço, absorvendo aproximadamente 70% da produção em termos de volume. As indústrias de cimento e cal, metais não ferrosos e suas ligas, fundições de ferro e aço, vidro, química e petroquímica papel, celulose e pelotização representam o consumo do restante. O consumo dos principais setores industriais e o consumo específico de cada setor no Brasil estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Consumo de refratários no Brasil por setor produtivo

Setor	Participação no consumo de refratários (%)	Consumo específico médio (kg (refratário) / t)
Siderurgia (ferro e aço)	70	10-13 (integrada) 6-11 (elétrica)
Cimento e Cal	8	0,7 – 0,9
Metais não ferrosos e ligas	7	11 – 14 (alumínio) 40 – 70 (níquel) 4 – 10 (cobre)
Fundições de ferro e aço	5	10-20
Vidro	3	5
Química e Petroquímica	2	7
Outros	5	-

Fonte: Adaptado de Relatório Técnico 71 (Brasil – Ministério de Minas e Energia, 2009)

Nos últimos anos o consumo específico de refratários passou por um declínio em função de novas tecnologias, o que resultou no desenvolvimento de materiais com melhores desempenhos. Por exemplo, se há 50 anos as metalúrgicas consumiam 30 kg de refratários para produzir uma tonelada de aço, hoje as plantas mais modernas consomem 9 kg/t. Entretanto, a

produção tem aumentado em função do crescimento da indústria de base brasileira (PRADO; BRESSIANI, 2013).

De acordo com o Plano Nacional de Mineração 2030 (Brasil – Ministério de Minas e Energia, 2011), a previsão de produção, importação, exportação e consumo de refratários no Brasil deverá apresentar um crescimento acentuado nos próximos anos, conforme mostrado na Tabela 2.

Tabela 2 - Previsão de produção, importação, exportação e consumo dos refratários

	Unidade	ANO			
		2008	2015	2022	2030
Produção	kt	570	797	1117	1643
Importação	kt	32	45,3	64,2	95,6
Exportação	kt	84	109	142	191
Consumo Aparente	kt	518	734	1039	1547

Fonte: Adaptado de PNM 2030 (Brasil – Ministério das Minas e Energia, 2011)

Estima-se que o número de indústrias de refratários no Brasil esteja próximo de quarenta unidades, onde as cinco maiores detêm entre 80% e 85% de participação no mercado brasileiro, conforme indicado na Tabela 3.

Tabela 3 - Participação das empresas de refratários no mercado brasileiro

Empresa	Participação no Mercado (%)
Magnesita	55 -60
Ibar	10-15
Saint-Gobain	5-10
Vesuvius	5-10
Outros	10-15

Fonte: Adaptado de Relatório Técnico 71 (Brasil – Ministério de Minas e Energia, 2009)

Conforme a Tabela 4, a NBR 10237 (2014) classifica os refratários, em relação à natureza química da sua matéria-prima predominante, em quatro grupos principais: ácidos, básicos, neutros e especiais.

Tabela 4 - Classificação de alguns materiais refratários quanto à natureza química

Grupo	Classe
Ácidos	Sílicos
	Sílico-aluminosos
Básicos	Magnesianos
	Magnésia-cromita
	Cromo-magnesianos
	Dolomíticos
Neutros	Aluminosos
	Cromíticos
	De carbono
Especiais	De carbetos de silício
	De cordierita
	De mulita

Fonte: Adaptado de NBR 10237 (2014)

Quanto à natureza química, a composição de interesse direto para o presente trabalho são os refratários ácidos, mais especificamente os sílico-aluminosos. Esses materiais são classificados quanto ao teor de alumina (Al_2O_3), variando entre 22% e 46%, mais sílica (SiO_2). Todos os demais óxidos presentes na matéria-prima são considerados impurezas, principalmente o óxido de ferro (Fe_2O_3).

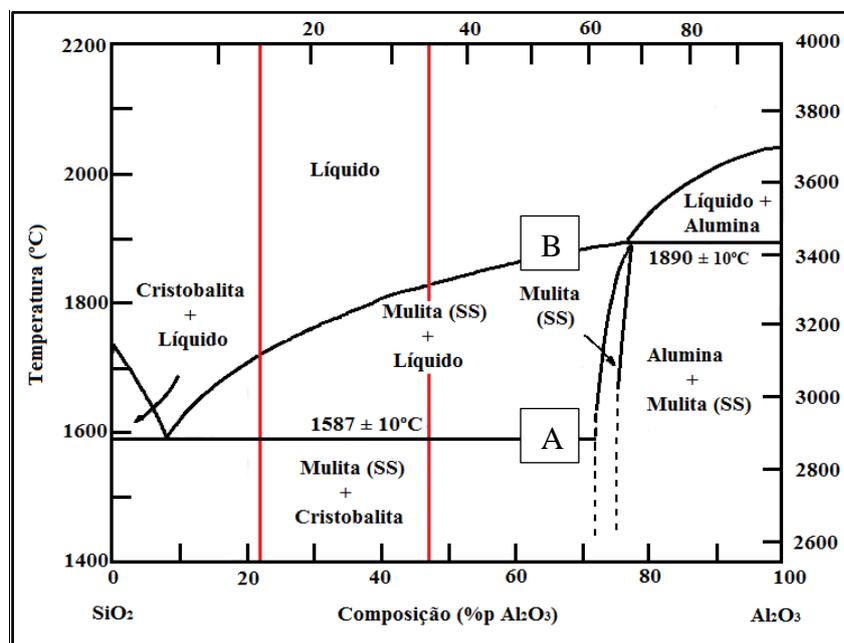
De modo geral, os refratários sílico-aluminosos contêm baixos teores de óxido de ferro e álcalis. Estes são os refratários que possuem maior demanda, pois são relativamente baratos quando comparados a outros tijolos refratários especiais. Eles são utilizados em aplicações como: revestimento de fornos de laboratório, suportes refratários, isolamento térmico, indústrias cerâmicas, indústrias químicas e indústrias relacionadas à fabricação de alimentos, entre outras (SADIK; EL AMRANI; ALBIZANE, 2014).

A sinterização dos sílico-aluminosos em temperaturas elevadas (1200° C a 1600° C) envolve a formação da fase cristalina mulita, onde a proporção estequiométrica corresponde a 71,8% de Al_2O_3 e 28,2% de SiO_2 (SIMANJUNTAK et al., 2013; NAVARRO et al., 2014). Esta fase é requerida nessa classe de material em função de propriedades como: boa resistência ao choque térmico e alto módulo de ruptura (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010), moderada expansão térmica (SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008), baixa condutividade

térmica (SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008; MONTEIRO; SABIONI, 2016), e elevada refratariedade (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010; MONTEIRO; SABIONI, 2016).

Como os refratários sílico-aluminosos são formados por um sistema binário, ou seja, duas fases (SiO_2 e Al_2O_3), pode-se utilizar o diagrama de fases do sistema sílica-alumina para estudar a faixa de proporções nas quais a sílica e a alumina podem ser combinadas. O diagrama sílica-alumina está apresentado na Figura 2.

Figura 2 - Diagrama de fases para o sistema sílica-alumina



Fonte: Adaptado de Callister (2008)

Quando apenas pequenas quantidades de alumina estão presentes, o refratário apresenta um microconstituente eutético de ponto de fusão muito baixo (composição eutética) e, portanto, não é adequado às aplicações refratárias em temperaturas acima de 1600°C , como na produção de aço.

Podem-se alcançar temperaturas de fusão maiores, quando maiores quantidades de alumina são adicionadas. A microestrutura fica com quantidades crescentes da fase mulita, que apresenta temperatura de fusão na faixa dos 1900°C .

Na Figura 2 é possível observar as duas linhas (vermelhas) perpendiculares, que representam os limites do teor de alumina para os sílico-aluminosos, sendo a temperatura de fusão na faixa dos 1600°C . Nesta região são encontradas as fases mulita + cristobalita, mulita + líquido e somente líquido.

A fase mulita + cristobalita é estável até a temperatura de 1600° C, quando inicia-se a fusão. A partir da linha “A”, inicia-se a fase líquida, formada pela fase mulita e pela fase líquida. E, acima da linha B, existe apenas a fase líquida.

2.3.1 Propriedades Gerais

A densidade é uma importante propriedade física dos materiais refratários porque apresenta influência direta em outras propriedades, como resistência mecânica e condutividade térmica. É expressa em libras por pé cúbico (lb/ft³) ou quilogramas por metro cúbico (g/cm³).

A densidade de um material cerâmico depende do tamanho e peso atômico dos elementos constituintes, do percentual de porosidade da microestrutura e do seu maior ou menor empacotamento atômico.

Dependendo da geometria da peça, nem sempre é possível medir diretamente o seu volume, uma vez que as geometrias geralmente são complexas e os materiais refratários não são contínuos, ou seja, possuem descontinuidades e imperfeições em sua microestrutura, como poros (abertos ou fechados) e trincas (COTTA; RODRIGUES, 2014). Por esse motivo, existem diferentes formas de calcular a densidade, como a densidade de massa e a densidade real.

A porosidade em refratários é reportada como a porcentagem de porosidade aparente que representa a fração do volume de poros presentes. Os valores de porosidade variam de acordo com a aplicação desejada, podendo ser de baixa ou alta porosidade.

Innocentini e Pendolfelli (1999) descrevem que a durabilidade do refratário é intimamente relacionada com a porosidade, pois o desempenho do material está ligado à capacidade do mesmo em não reagir com o meio, o qual pode causar a degradação do material.

O aumento da porosidade residual afeta de forma negativa tanto a resistência mecânica quanto as propriedades elásticas do material. Por exemplo, a resistência à flexão é diminuída com o aumento da fração volumétrica da porosidade por dois motivos: primeiro, porque os poros reduzem a área da seção transversal onde a força é distribuída e, segundo, porque eles atuam como concentradores de tensão.

De acordo com Callister (2008), uma porosidade volumétrica de 10% reduz em até 50% a resistência à flexão, em relação ao valor medido no material sem poros. Por outro lado, a resistência a choques térmicos é aumentada com o aumento de porosidade. Kazmi et al. (2016) considera que a resistência mecânica de materiais cerâmicos depende principalmente de sua densidade, porosidade e distribuição do tamanho de poros.

Em termos práticos, num forno com revestimento de tijolo refratário poroso, a temperatura pode sofrer variações bruscas sem que os tijolos percam sua forma física original, ou seja, tijolos porosos apresentam melhor desempenho frente ao choque térmico que os tijolos sem poros. A Figura 3 apresenta um resumo das propriedades dos refratários com baixa porosidade.

Figura 3 - Propriedades de materiais refratários com baixa porosidade



Fonte: Próprio autor

O choque térmico é o resultado da exposição de um material às condições de aquecimento e resfriamento rápidos, que causam gradientes de temperatura dentro dos blocos refratários (IZADPANA; DEZFOLI, 2009). Essas mudanças bruscas de temperatura criam tensões térmicas dentro do refratário e podem causar rápidas expansões ou contrações do material, interferindo na vida útil da peça.

Suwak, Wojta e Podwo (2013) relatam que em processos de metalurgia as causas da degradação de materiais refratários são 70% resultantes da corrosão química, 20% resultantes de choques térmicos, enquanto que os 10% restantes são causados pela erosão e outros fatores mecânicos.

Uma das formas de medir a resistência ao choque térmico de materiais refratários é por meio de testes de têmpera, em que o material é aquecido e posteriormente resfriado rapidamente em água. Assim, o número de ciclos que o corpo de prova suporta sem se romper é tomado como a sua resistência ao choque térmico.

Os refratários apresentam uma gama de temperaturas de fusão, desde a temperatura de aparecimento do primeiro líquido até a temperatura de fusão completa. A refratariedade dos refratários é a habilidade do material em resistir aos efeitos das altas temperaturas sem que atinja seu ponto de fusão. Por serem empregadas elevadas temperaturas, a refratariedade é uma propriedade fundamental para os materiais refratários.

De acordo com Barros (2013) os refratários obtêm suas características refratárias de acordo com as matérias-primas empregadas para sua fabricação, sendo a refratariedade determinada pelos teores de óxidos alcalinos e de ferro presentes na massa cerâmica. Por exemplo, os refratários compostos de alumina e sílica formam fases extremamente refratárias, entretanto, a presença dos óxidos fundentes influencia de forma negativa a refratariedade desse material.

Além da influência causada pela matéria-prima na refratariedade, esta também é fortemente dependente dos parâmetros macroestruturais, como tamanho e forma de grão, o volume relativo de fases vítreas e sólidas, a viscosidade da fase vítrea e a porosidade (SADIK; EL AMRANI; ALBIZANE, 2013).

Outra importante propriedade dos refratários é a condutividade térmica, esta é uma propriedade física que descreve a habilidade de um material em conduzir energia térmica, uma vez que um dos principais papéis dos refratários é retardar a transferência de calor durante os processos metalúrgicos, de maneira que as perdas de calor do sistema sejam minimizadas (TIWARI; PARIHAR; TRIPATHI, 2013; VIVALDINI et al., 2014).

A condutividade térmica dos cerâmicos ocorre principalmente por condução, que é um processo de transferência de energia térmica por meio de vibrações de vários átomos em relação à sua posição de equilíbrio. A vibração desses átomos se assemelha a uma onda propagando-se ao longo da rede cristalina, sendo a superposição total dessas ondas a vibração total da rede. Por fim, dá-se o nome a essas ondas de fônons.

Os fônons se propagam através do material, partindo das regiões mais quentes, onde a concentração é maior, para as mais frias, e, desta maneira, transferindo energia de um ponto para outro (VIVALDINI et al., 2014).

São conhecidas diferentes formas para mensurar a condutividade térmica de um material. As principais técnicas para determinar a condutividade são os métodos transientes de troca de calor, como, por exemplo, o método do fio quente e a medição de fluxo de calor isolado (SANTOS, 2005). De acordo com Bourret et al. (2013) os materiais a base de argila exibem valores de condutividade térmica baixa (menores que 1 W/m.K).

Outro parâmetro muito utilizado para avaliação dos refratários é a resistência mecânica. Os ensaios podem ser executados tanto na temperatura ambiente, quanto a qualquer temperatura em que haja equipamento apropriado para avaliação (DUARTE, 2005).

Segundo Duarte (2005), as variáveis que mais afetam a resistência mecânica dos refratários são: as ligações químicas, temperatura de sinterização, porosidade e resistência mecânica do agregado.

A resistência à flexão, compressão e tração estão relacionadas devido ao fato de que, durante os processos de aquecimento e resfriamento no uso dos refratários, tensões de tração e compressão são provocadas através da dilatação e retração no material.

A resistência à flexão é normalizada pela NBR 5014 (2012). O procedimento consiste em submeter os corpos de prova ao ensaio a uma taxa de aumento de carga até que ocorra a falha. O resultado do ensaio é expresso pela carga máxima que o material pode suportar, quando ele é flexionado em um esquema de três ou quatro pontos. Segundo Cunha-Duncan e Bradt (2003), a faixa de resistência à flexão dos refratários é entre 10 MPa e 40 MPa à temperatura ambiente, sendo que, para a maioria das aplicações, os refratários devem suportar o seu próprio peso.

A resistência à compressão pode ser determinada conforme as orientações da NBR 10059-2 (2014). A metodologia consiste em submeter um corpo de prova com dimensões conhecidas, sob condições específicas, a um aumento de carga de compressão até que ele falhe. O resultado do experimento é obtido pela carga máxima, imediatamente antes da falha, dividida pela área sobre a qual é aplicada a carga.

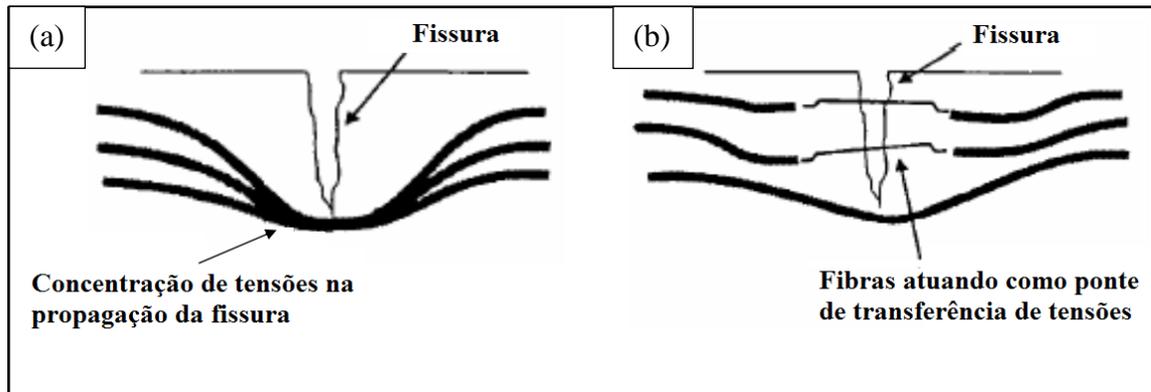
Para a resistência à tração, ainda não existe norma vigente para materiais refratários.

2.4 Compósitos Reforçadas com Fibras Metálicas

Quando se adicionam fibras em uma matriz cerâmica, esta deixa de atuar de forma frágil, adquirindo ductilidade. Este comportamento ocorre pelo fato de as fibras atuarem como uma “ponte” de transferência de tensões ao longo das fissuras, limitando sua propagação e aumentando a resistência e a ductilidade do material (CAILLEUX; CUTARD; BERNHART, 2002).

Quando uma matriz simples, sem fibras, é submetida a um esforço, a energia se localiza de forma rápida nos extremos das microfissuras existentes, como mostra a Figura 4 (a), provocando um crescimento incontrolado das mesmas. Este fato tem, como provável consequência, uma ruptura frágil do material. Uma solução usualmente empregada para melhorar o desempenho a esforços que provocam a formação de microfissuras é a adição de fibras, conforme mostra a Figura 4 (b).

Figura 4 - Esquema de concentração de tensões, (a) sem fibras e (b) com fibras



Fonte: Nunes e Agopyan (1998)

De modo geral, em um compósito reforçado com fibras, o processo de abertura de fissuras é conduzido pelas forças de restrições causadas pelo atrito desenvolvido na interface fibra-matriz. Como resultado, é necessária maior energia para que ocorra o desenvolvimento das fissuras, tornando o material mais dúctil.

Pasa (2007) relata que existem quatro categorias de fibras comumente utilizadas como reforço em matrizes frágeis: fibras de aço, fibras de vidro, fibras sintéticas e fibras naturais.

Os autores Pemberton et al. (2011) relatam diversas tentativas de introduzir componentes metálicos em partículas (fibras, grânulos, etc.) nas cerâmicas, mas as fibras foram as que apresentaram melhores resultados em relação ao aumento de ductilidade.

De acordo com Peret e Pandolfelli (2005), a construção civil e a indústria de refratários aplicam as fibras metálicas em diversos tamanhos e geometrias para atuar como reforço mecânico, tanto à temperatura ambiente quanto em temperaturas elevadas.

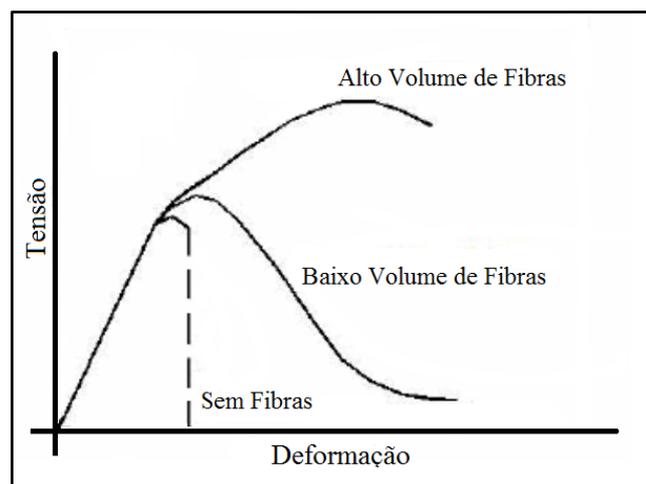
Salih e Mohammed (2012) atestam que as fibras de aço melhoram as propriedades mecânicas em termos de resistência e também a resistência ao choque térmico, enquanto que Meddah, Belagraa e Beddar (2015) afirmam que as fibras metálicas melhoram a resistência ao impacto e a capacidade de absorção de energia pós-fissuração.

As propriedades de um compósito com fibras metálicas dependem de vários parâmetros que influenciam na interação fibra-matriz. Além do tipo de fibra, fatores como teor volumétrico, forma geométrica e fator de forma das fibras podem influenciar na eficiência na interface fibra-matriz (ALMEIDA, 2009).

a) Teor Volumétrico de Fibras

A principal função do reforço de fibras em uma matriz cerâmica é o controle de fissuração após o aparecimento da primeira fissura. A Figura 5 ilustra como a adição de fibras pode modificar o comportamento tensão *vs* deformação das cerâmicas. Percebe-se que, para o material sem reforço de fibras, a curva tensão *x* deformação se comporta de forma frágil. Para o compósito com baixo volume de fibras, quando ocorre a ruptura da matriz, necessariamente acontece uma queda na carga que o material tem capacidade de suportar. Quando o compósito apresenta alto teor volumétrico de fibras, mesmo após a fissuração da matriz, o compósito continua recebendo níveis de carregamentos crescentes.

Figura 5 – Curvas típicas de compósitos reforçados com altos e baixos volumes de fibras e sem fibras



Fonte: Bentur e Mindess (2007)

Existe uma definição que corresponde ao teor de fibras que mantém a mesma capacidade resistente para o compósito a partir da ruptura da matriz, denominado volume crítico de fibras (FIGUEIREDO, 2000). Assim, em um compósito com volume de fibras abaixo do volume crítico, ocorre uma perda da capacidade resistente do compósito após a ruptura da matriz. Para um compósito com teor volumétrico de fibras acima do volume crítico, o material continua aceitando níveis crescentes de carregamento, mesmo após a ruptura da matriz.

b) Comprimento Crítico

O mecanismo de transferência de tensões através das fibras é influenciado pelo comprimento crítico das fibras. Os autores Bentur e Mindess (2007) definem o comprimento

crítico das fibras como o comprimento mínimo da fibra requerido para desenvolver a tensão igual à sua tensão de ruptura.

O comprimento crítico das fibras pode ser calculado através da Equação (1), sendo uma função da tensão média de aderência na interface fibra-matriz (GARCEZ, 2005).

$$L_c = \frac{\sigma_{fu}}{\tau_{fu}} \cdot r \quad (1)$$

Onde:

L_c – comprimento crítico das fibras;

σ_{fu} - tensão última à tração da fibra;

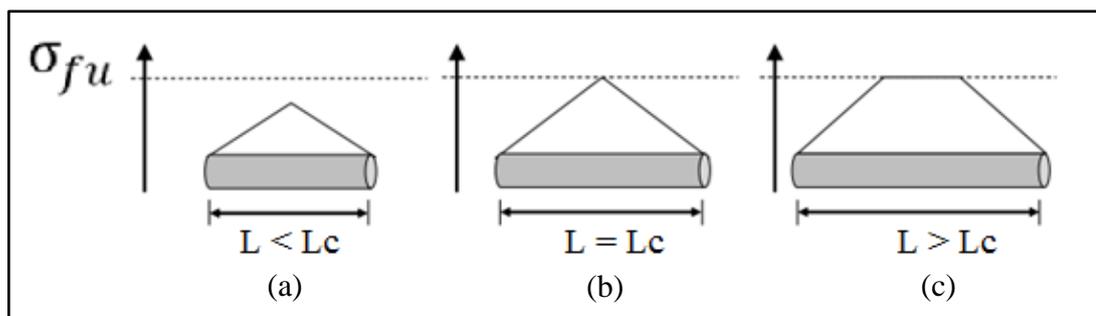
τ_{fu} - tensão média de aderência na interface fibra-matriz: e

r - raio da fibra.

O comprimento crítico é baseado em um modelo que presume a tensão entre a matriz e a fibra aumentando linearmente dos extremos para o centro da fibra. Este modelo apresenta as distribuições possíveis de tensões na fibra em relação ao seu comprimento crítico ($L < L_c$, $L = L_c$ e $L > L_c$), conforme a Figura 6.

Quando o comprimento da fibra é menor que o comprimento crítico ($L < L_c$) a extensão da fibra engastada na matriz não é suficiente para superar a resistência da fibra. Deste modo, a fibra que estiver suportando o carregamento e atuando como ponte de transferência de tensões pela fissura será facilmente arrancada do lado que tiver menor comprimento embutido, ou seja, do lado com menor ancoragem. Neste caso, a fibra não é utilizada com eficiência (FIGUEIREDO, 2011). A Figura 6 (a) apresenta o perfil de tensão desenvolvido neste caso.

Figura 6 - Perfil de tensão em uma matriz cerâmica em função do comprimento da fibra



Fonte: Bentur e Mindess (2007)

Quando o comprimento da fibra é igual ao comprimento crítico ($L = L_c$), a extensão da fibra engastada na matriz é suficiente para criar mecanismos de travamento da fibra até que ela desenvolva toda a sua capacidade de absorção de energia sem se desprender por inteiro da matriz. O perfil de tensão deste caso é apresentado na Figura 6 (b). O principal mecanismo na transferência de tensões da matriz para as fibras passa a ser o atrito. O modo de rompimento das fibras é governado, então, por uma parcela de deformação elástica das fibras e outra de atrito na interface fibra-matriz (GARCEZ, 2005). Também é importante frisar que o mecanismo de ruptura das fibras que envolve atrito depende um maior gasto energético do que a ruptura abrupta, sem deslizamento prévio. Por fim, este é o caso que promove maior tenacidade para o compósito (NUNES; AGOPYAN, 1998).

Quando o comprimento da fibra é maior que o comprimento crítico ($L > L_c$), a extensão da fibra embutida na matriz é suficiente para causar o travamento total da fibra, conseqüentemente, a fibra acabará por se romper no momento em que a fissura surgir, reduzindo a resistência residual do compósito. Neste caso ocorre a redução da energia total envolvida no processo de ruptura do compósito, tornando o material mais frágil. A Figura 6 (c) mostra o perfil deste caso.

Estes conceitos são bastante teóricos, uma vez que os autores consideram que a fissura ocorra exatamente no meio da fibra, sendo impossível prever onde ocorrerá a fissura em relação ao comprimento da fibra, pois as duas extremidades da fibra não estarão, obrigatoriamente, ancoradas da mesma maneira.

Por fim, é importante destacar que quanto menor o tamanho das fibras, maior será a possibilidade de elas serem arrancadas. Neste sentido, avalia-se que as fibras apresentam melhor desempenho quando o seu comprimento é suficiente para proporcionar boa aderência entre a fibra e a matriz, e, conseqüentemente, quando solicitadas, elas são capazes de desenvolver uma tensão igual à sua resistência à tração.

c) Fator de Forma

Além do comprimento, a área da seção transversal da fibra também implica em uma alteração do comportamento pós-fissuração do compósito. O fator de forma é a relação entre o comprimento da fibra e o seu diâmetro, e é um dos principais fatores relacionados à geometria da fibra que influencia no desempenho do material (BENTUR; MINDESS, 2007).

Este índice é capaz de representar um aumento do comprimento das fibras ou uma diminuição no seu diâmetro. Desta maneira, um maior fator de forma pode representar melhor resistência ao arrancamento das fibras, resultante do maior comprimento, ou um aumento do número de fibras que podem impedir uma fissura, resultante da utilização do maior número de fibras mais finas.

O fator de forma pode ser relacionado com o volume de fibras através da Equação (2), resultando no índice de reforço do compósito (MARANGON, 2011).

$$I_r = V_f \times F_f \quad (2)$$

Onde:

I_r – índice de reforço;

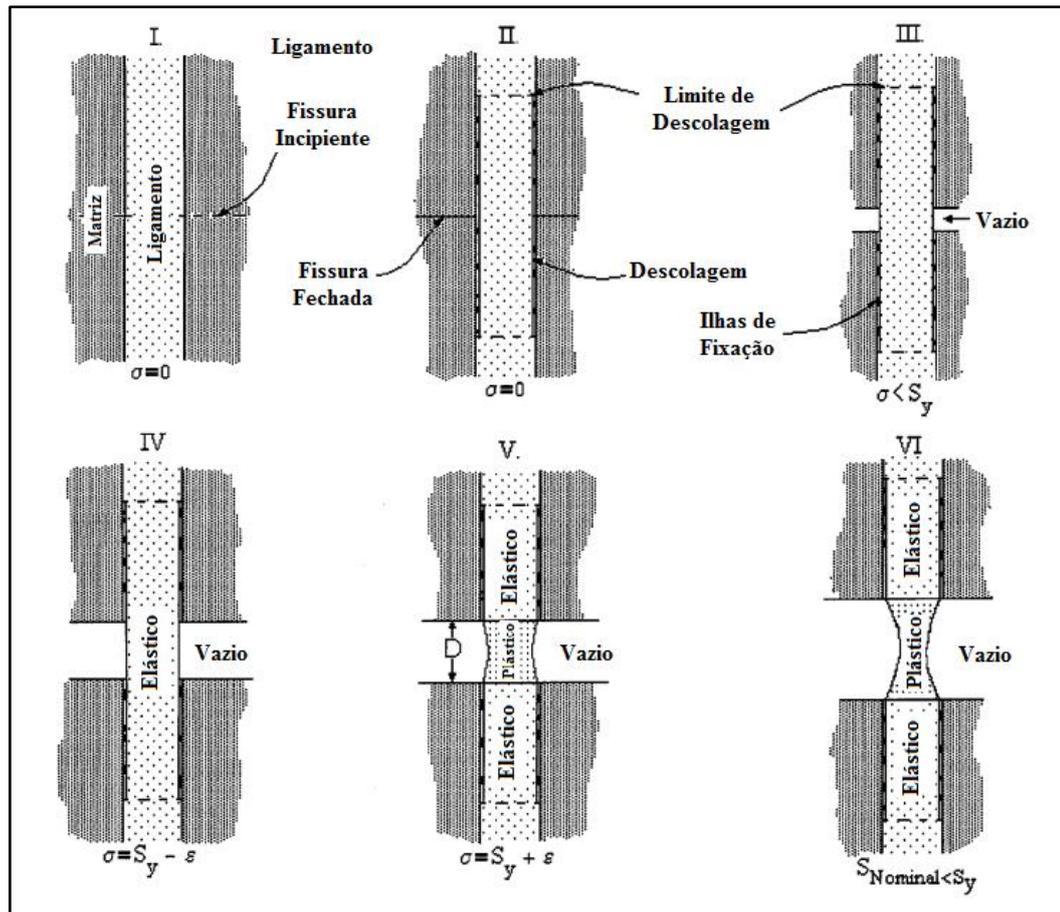
V_f – volume de fibras; e

F_f – fator de forma das fibras (L/d_f).

d) Influência da Adição de Fibras Metálicas em Matrizes Cerâmicas

Hillig et al. (2001) realizaram uma análise dos mecanismos de abertura de fissuras em um compósito de matriz cerâmica reforçado com fibras de aço dúctil, considerando o comprimento das fibras igual ao crítico. O processo de abertura de fissura é apresentado em seis estágios, como mostrado esquematicamente na Figura 7.

Figura 7 - Processo global de fissuração de um compósito reforçado com fibras de aço



Fonte: Hillig et al. (2001)

No estágio I é apresentada a situação em um momento anterior ao início da fissura na matriz, onde é mostrado apenas o local em que ocorrerá a fissura, sendo a tensão na fibra e na matriz igual a zero. No estágio II se inicia o fissuramento da matriz, onde o deslizamento na interface fibra-matriz ocorre até um limite de descolamento controlado pelas “Ilhas de Fixação”. Neste estágio não foi transferida tensão para a fibra, estando a mesma distribuída na matriz. Também não ocorreu separação das faces da matriz. No estágio III uma pequena tensão de tração, consideravelmente menor que o limite de elasticidade à tração da fibra, é aplicada fazendo com que as faces da trinca se movam. O estágio IV apresenta a situação quando a tensão desenvolvida na fibra é menor do que seu limite de elasticidade. Já, no estágio V, ocorre o aumento da tensão desenvolvida na fibra e, conseqüentemente a ultrapassagem do seu limite de elasticidade, provocando o início do “empescoçamento” (estricção) na fibra. Por fim, no estágio VI, com o aumento da carga aplicada ocorre uma maior abertura de fissura e, conseqüentemente, maior estreitamento da seção transversal da fibra que, por conseguinte, causa uma diminuição da força de tração que a fibra pode suportar. Posteriormente ao estágio VI, com o aumento do carregamento ocorre a fratura total do compósito.

As fibras metálicas habitualmente empregadas na construção civil e na indústria de refratários possuem uma infinidade de combinações geométricas. Podem ser encontradas em vários diâmetros, comprimentos, formas (lisas, onduladas, lisas com ganchos nas extremidades, e com seção circular ou retangular) e em diferentes tipos de aço.

De acordo com Migliorini (2011) as fibras metálicas usualmente possuem comprimento entre 12,7 e 63,5 mm. As fibras com seção circular possuem diâmetros entre 0,25 e 0,75 mm. As fibras com seção retangular possuem espessura na faixa de 0,15 e 0,4 mm e largura de 0,25 a 0,9 mm. Mehta e Monteiro (2008) relatam que o fator de forma das fibras deve ser menor que 100, pois para valores superiores é muito difícil de obter uma mistura uniforme, afetando a trabalhabilidade do material.

O percentual ótimo de fibras de aço para um compósito não está totalmente definido, pois é dependente do tipo de matriz e de aplicação. Miloud (2004) estudou a influência que as fibras de aço exercem no concreto refratário e aplicou as porcentagens de 2%, 4%, 5%, 6% e 8% de fibras de aço (em massa). Toledo Filho et al. (2007) realizaram ensaios físicos e mecânicos em amostras de concreto refratário utilizando teores de 2%, 4% e 6% de fibras de aço. Pasa (2007) afirma que as fibras de aço devem ser adicionadas com 1% em volume. Stochero (2015) realizou um estudo da influência das fibras de aço em tijolos refratários e aplicou teores de 3%, 6% e 9% de fibras de aço (em volume). A literatura da área não define limites para que se possa considerar um volume de fibras elevado ou baixo, sendo este dependente das condições da matriz e da aplicação.

Ensaio experimentais realizados por I-Kho e Ven-Nen (1992) indicam que a adição de fibras de aço em refratários aumenta sua estabilidade a altas temperaturas e sua resistência mecânica. Os autores também relatam que o reforço com fibras de aço resistente à corrosão aumenta a vida útil de serviço dos refratários, produzindo como resultado maior produtividade dos fornos e equipamentos de alta temperatura.

Vekinis, Sofianopoulos e Tomlinson (1997) pesquisaram o comportamento de refratários com matriz cerâmica de alumina com a adição de microfibras de níquel. Em alguns testes a incorporação direta de fibras de níquel na matriz não foi bem-sucedida devido à incompatibilidade da expansão térmica dos materiais, causando fissuras e conseqüentemente uma estrutura menos densa. A expansão térmica da alumina e do níquel é diferente e, por isso, causam severas tensões no compósito. Para solucionar este problema foi utilizado um método de redução *in situ* das fibras de níquel por sinterização numa atmosfera de Ar/4% H₂. Introduzindo as fibras após este processo eliminou-se a maioria dos problemas. Neste caso, as microfibras de níquel atuaram na matriz cerâmica, aumentando a energia de dissipação durante

a fratura de 15 J/m² para a matriz sem fibras para 876 J/m² para o compósito com 24% de fibras, em volume, resultando em uma propagação de fissuras muito estável.

Botero et al. (2009) pesquisaram os efeitos das fibras de aço nas propriedades de cerâmicas de argila vermelha, tendo sido utilizadas fibras em aço baixo carbono e inoxidável, com diferentes comprimentos (7, 10 e 15 mm) e diâmetros (0,130, 0,230 e 0,750 mm), totalizando nove tipos de fibras de aço, sendo o percentual de 2% (em peso) para todas as misturas.

Os resultados de resistência à flexão mostraram maior ductilidade para os compósitos com fibras de aço, mas, em compensação, menor tensão de ruptura. A menor tensão de ruptura dos compósitos com fibras de aço é justificada porque, ao sinterizar as cerâmicas à temperatura de 1000° C, forma-se corrosão na superfície das fibras, a qual exerce pressão sobre a matriz cerâmica gerando tensões e, em alguns casos, causando fissuras na matriz. Desta maneira, o desempenho mecânico do compósito é afetado. Também são apresentados os resultados de absorção de água, os quais aumentaram com a adição das fibras de aço devido a um eventual trincamento da matriz cerâmica causado pela corrosão das fibras. É importante salientar que as fibras de aço de baixo carbono formaram mais corrosão que as fibras de aço inoxidável, sendo que nessas últimas ocorre a formação de pequenas quantidades de corrosão.

No trabalho de Cailleux, Cutard e Bernhart (2002), foi analisado o comportamento de arrancamento das fibras de aço inoxidável a partir de uma matriz cerâmica refratária. O estudo foi realizado por meio de testes de arrancamento, tendo por objetivo avaliar o comportamento de transferências de tensões através das fibras, através de observações na interface fibra-matriz por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostram que existe grande influência da temperatura de fabricação sobre a ancoragem das fibras e, conseqüentemente, no comportamento mecânico do compósito. Esses resultados são justificados pelos grandes níveis de tensão que aparecem perto da interface fibra/matriz como consequência da incompatibilidade de expansão térmica entre os componentes, resultando em microtrincas na interface. Este mecanismo ocorre durante o processo de resfriamento do ciclo térmico em uma temperatura de transição, que depende da máxima temperatura do ciclo.

Garcez (2005) analisou o comportamento de concretos reforçados com fibras de aço submetidos a cargas de impactos e constatou que a incorporação de fibras de aço não consegue retardar o aparecimento da primeira fissura, mas aumenta significativamente a tenacidade dos compósitos. O autor relata que o emprego de fibras é viável e eficiente quando utilizadas para o incremento da resistência ao impacto.

Almeida (2009) relata que a indústria petroquímica vem buscando materiais refratários com maior vida útil, com o objetivo de aumentar o tempo transcorrido entre duas interrupções consecutivas para manutenção. Por esse motivo, realizou uma pesquisa que consistiu na caracterização experimental de concretos refratários densos reforçados com fibras de aço. Foram adicionadas frações volumétricas de fibras de 0,60%, 1,20% e 1,80%. Os resultados de choque térmico indicam que no primeiro ciclo os concretos refratários com fibras tornaram as larguras médias das fissuras, respectivamente, 67%, 20% e 11% menores que o concreto sem fibras. Após dez ciclos, as respectivas reduções foram 56%, 20% e 20%, e, depois de vinte ciclos de choque térmico, as reduções foram de 43%, 15% e 16%, respectivamente.

Em recente trabalho de Stochero (2015) foi estudada a influência das fibras de aço (teores volumétricos de 3%, 6% e 9%) sobre o comportamento de cerâmicas refratárias sob solicitações mecânicas e termomecânicas. Os resultados mostram que não houve diferença significativa entre a resistência mecânica, porém foi constatado aumento significativo na ductilidade do material com 9% de fibra. No que diz respeito à resistência ao choque térmico, as cerâmicas com fibras apresentaram-se altamente dúcteis em comparação às cerâmicas sem fibras, e as misturas que apresentaram melhor desempenho foram as cerâmicas com 6% e 9% de fibras.

Em relação a resistência mecânica, a inclusão de fibras em matrizes cerâmicas pode atuar de forma negativa, porque a presença das mesmas pode causar pequenos defeitos na microestrutura do material, deixando-a predisposta ao princípio de fissuras quando solicitada por tensões. Esses defeitos, muitas vezes, causam menor resistência da primeira fissura.

2.5 Microfibras Cerâmicas

As microfibras cerâmicas são materiais refratários compostos essencialmente de sílica e alumina de alta pureza, produzidas em um forno de arco elétrico, podendo ter a adição de outros elementos, como zircônia (15%), que lhe confere maior estabilidade térmica a altas temperaturas, além de elementos residuais como óxidos de ferros, cálcio e magnésio (REZENDE; MEDEIROS, 1983).

As microfibras cerâmicas combinam a refratariedade da sílica e da alumina com a baixa condutividade térmica e baixa capacidade de armazenamento de calor que a forma fibrosa proporciona: essas características, quando unidas, alcançam boas propriedades térmicas (REZENDE; MEDEIROS, 1983).

Além das características citadas, também se destacam as seguintes propriedades: baixa condutividade térmica, excelente estabilidade térmica, ótima resistência ao choque térmico, boa resistência à tração e boa absorção sonora (UNIFRAX, 2016).

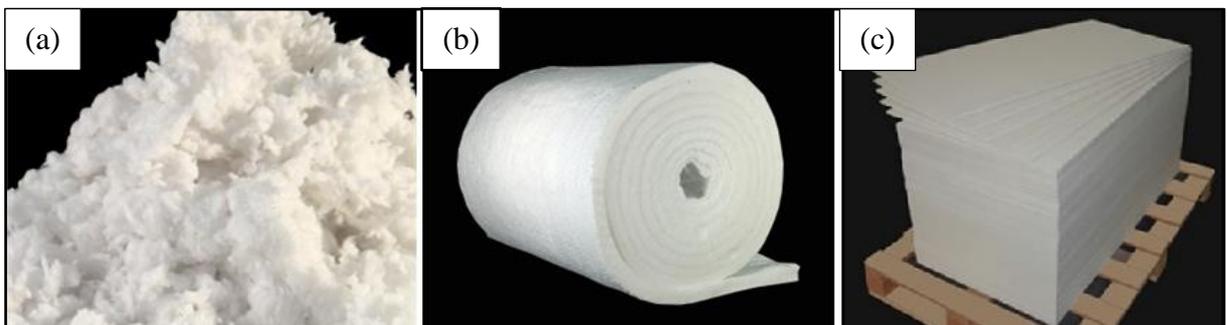
Devido às características citadas, as microfibras cerâmicas podem ser empregadas como material isolante e refratário para altas temperaturas, em sistemas de proteção contra incêndio, juntas de expansão em fornalhas de alta temperatura, vagonetas de forno, isolamento térmico e acústico, entre outros (NUTEC IBAR, 2016).

2.5.1 Aplicações das Microfibras Cerâmicas

As microfibras cerâmicas podem ser utilizadas como reforço em materiais compósitos, bem como serem transformadas nas mais variadas formas, dentre elas: flocos, mantas, placas, entre outras (NUTEC IBAR, 2016).

As microfibras cerâmicas são produzidos pela fusão de sílica e alumina de alta pureza em um moderno forno de arco elétrico. São excepcionalmente limpos e consistentes em qualidade e textura. As microfibras são dispersas com fibras longas e flexíveis, com propriedades refratárias e isentos de amianto. Suas principais aplicações são em juntas de expansão em fornalhas de alta temperatura (NUTEC IBAR, 2016). A Figura 8 (a) ilustra a forma dos materiais.

Figura 8 - (a) Microfibras cerâmicas, (b) mantas de microfibras cerâmicas e (c) placas de microfibras cerâmicas



Fonte: Nutec Ibar (2016)

A manta é composta de fibras flexíveis entrelaçadas. São fabricadas por um processo que proporciona uma manta resistente, leve, durável e com alto coeficiente de isolamento térmico. As mantas de microfibras cerâmicas possuem aplicações em diversos ramos, como:

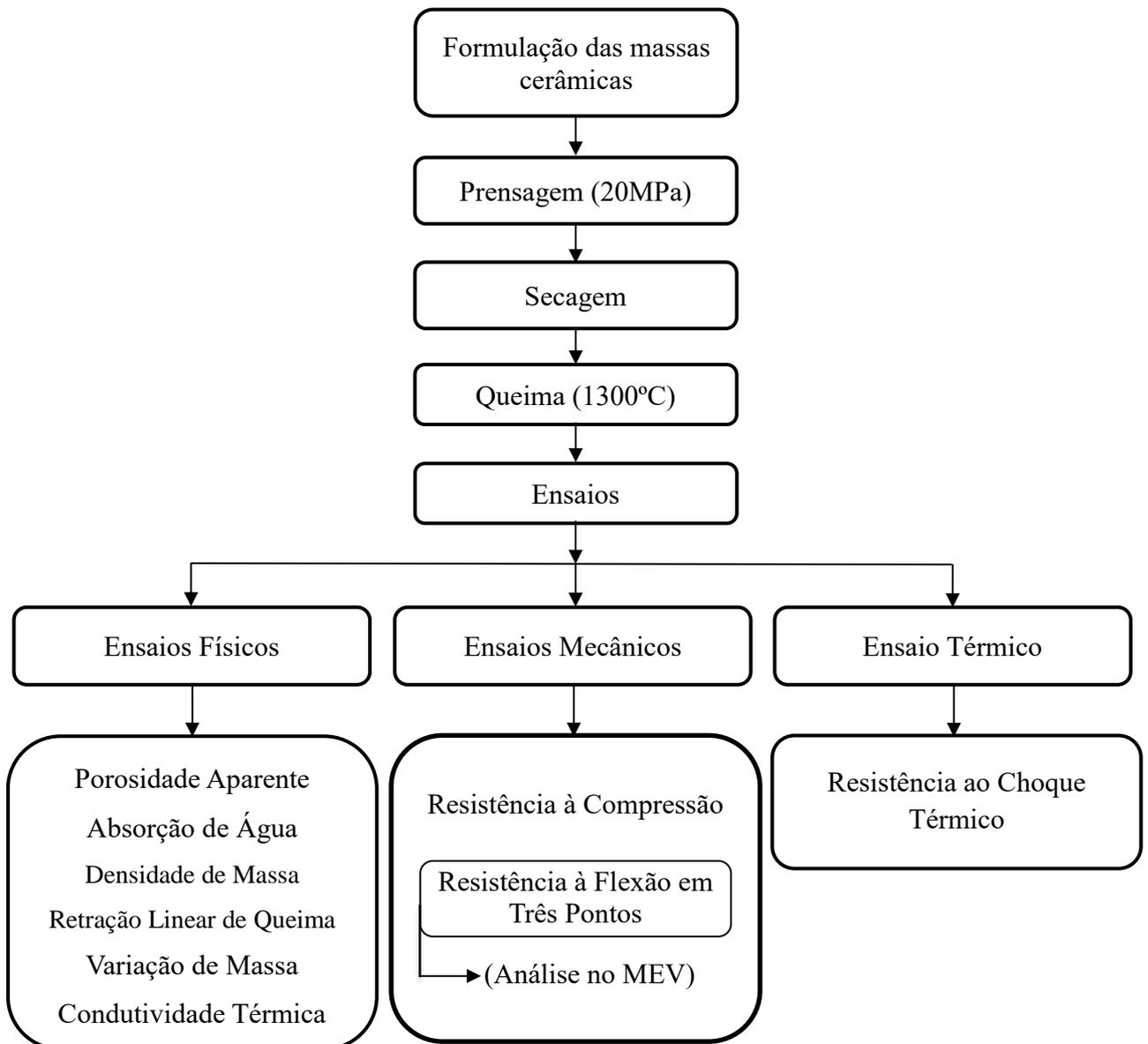
refinarias e petroquímicas, siderurgia, indústria cerâmica, geração de energia elétrica (NUTEC IBAR, 2016). A Figura 8 (b) apresenta a forma das mantas.

As placas possuem a característica de serem isolantes. São obtidas a partir da mistura de microfibras cerâmicas, especialmente tratadas com ligantes e aditivos químicos. São conformadas pelo processo de moldagem a vácuo e estabilizadas por secagem controlada. Possuem como principais aplicações: revestimento isolante de paredes, tetos, portas, chaminés, fornalhas industriais, câmaras de combustão de caldeiras e aquecedores, entre outras (NUTEC IBAR, 2016). A Figura 8 (c) mostra a geometria dessas placas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a fabricação dos corpos de prova foi realizada a substituição da argila caulim pela SCA na porcentagem de 20%, e microfibras cerâmicas (MC) na porcentagem de 20% ou fibras de aço (FA) nas porcentagens de 1,9%, 3,8% ou 5,6%, em volume. A Figura 9 apresenta resumidamente os procedimentos adotados para o desenvolvimento da pesquisa.

Figura 9 - Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Próprio autor

3.1 Matérias-Primas

As matérias-primas utilizadas nesta pesquisa foram: argila caulim, sílica da casca de arroz (SCA), microfibras cerâmicas e fibras de aço.

3.1.1 Argila Caulim

A argila caulim (Figura 10) é procedente de Vargem Grande do Sul/SP, próxima ao sul de Minas Gerais, adquirida junto à empresa Helager Indústria e Comércio Ltda.

A escolha dessa argila foi devido ao baixo teor de óxido de ferro, que a torna apropriada para ser empregada em materiais refratários e também por ser uma argila de baixo custo. O baixo teor de Fe_2O_3 (<3%) caracteriza a matéria-prima como sendo de cor clara após a queima (MEDEIROS et al., 2016).

Figura 10 - Argila caulim



Fonte: Próprio autor

A composição química da argila caulim foi obtida pelo método de espectrometria de fluorescência de raios X. Foi realizada pela Helager Indústria e Comércio Ltda e o resultado está apresentado na Tabela 5.

Tabela 5 - Composição química da argila caulim

Elemento	Porcentagem em massa
SiO ₂	57,83
Al ₂ O ₃	27,52
Fe ₂ O ₃	2,25
TiO ₂	0,38
CaO	0,13
MgO	0,36
Na ₂ O	< 0,001
K ₂ O	1,87
MnO	< 0,01

Fonte: Helager Indústria e Comércio Ltda.

3.1.2 Sílica da Casca de Arroz

A SCA (Figura 11) foi doada pela empresa Sílica Verde do Arroz Ltda., do Grupo Pilleco Nobre.

Figura 11 - Sílica da casca de arroz



Fonte: Próprio autor

A sílica da casca de arroz (SCA) é gerada a partir da queima da casca de arroz para produção de energia em uma Usina Termoelétrica. A combustão da casca de arroz é realizada em leito fluidizado com controle de temperatura (abaixo de 780° C), o que permite a extração da sílica com estrutura predominantemente amorfa. A composição da SCA foi encontrada pela empresa Sílica Verde do Arroz e está apresentada na Tabela 6.

Tabela 6 - Composição química da sílica da casca de arroz

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

Fonte: SVA – Sílica Verde do Arroz Ltda

A Tabela 6 mostra claramente que a SCA possui teor elevado de pureza, alcançando o valor de 91,48% de SiO₂ e baixo teor de impurezas. Isso mostra que seu emprego é viável do ponto de vista técnico para a produção de cerâmicos refratários.

3.1.3 Microfibras Cerâmicas

As microfibras cerâmicas (Figura 12) foram doadas pela empresa Nutec Ibar, localizada na cidade de Poá, Estado de São Paulo.

Figura 12 - Microfibras cerâmicas



Fonte: Próprio autor

Antes do uso, as microfibras cerâmicas foram “desfiadas” com o objetivo de alcançar uma melhor dispersão na massa cerâmica. Buscou-se deixar as microfibras com um diâmetro médio de 15 μm .

A composição química das microfibras cerâmicas foi encontrada pela empresa Nutec Ibar e está apresentada na Tabela 7.

Tabela 7 - Composição química das microfibras cerâmicas

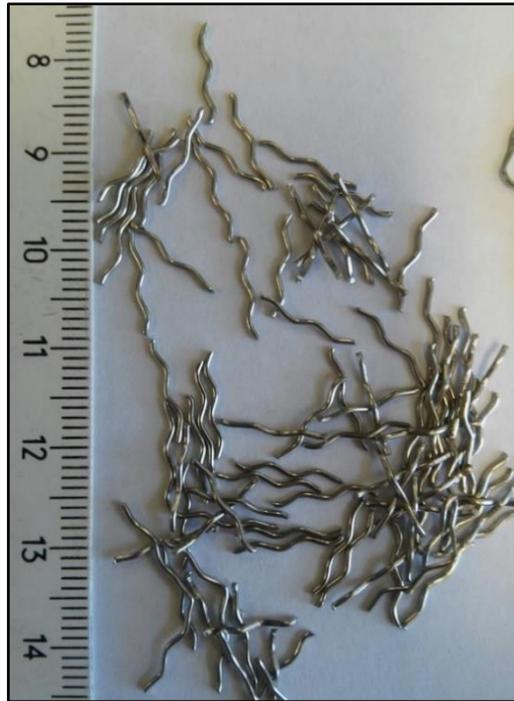
Elemento	Porcentagem em massa
Al_2O_3	54,0
SiO_2	46,0
Fe_2O_3	0,2
TiO_2	0,2

Fonte: Nutec Ibar

3.1.4 Fibras de Aço

As fibras de aço (Figura 13) foram fabricadas pela empresa Astra Fibras Metálicas, localizada na cidade de Itatiba, Estado de São Paulo. As mesmas são produzidas com aço inox AISI 310, pelo processo de trefilação a frio.

Figura 13 - Fibras de aço inox



Fonte: Próprio autor

A composição química das fibras de aço foi encontrada pela empresa Astra Fibras Metálicas e está apresentada na Tabela 8.

Tabela 8 - Composição química fibra de aço inox

Elemento	%
C	0,036
Fe	61,97
Si	0,360
Mn	1,490
P	0,030
S	0,037
Cr	17,00
Ni	19,08

Fonte: Astra Fibras Metálicas

A Tabela 9 mostra as características geométricas, bem como a resistência à tração e o ponto de fusão das fibras de aço. O formato escolhido para as fibras de aço foi o ondulado, pois a geometria ondulada melhora as condições de aderência com a matriz. A geometria com gancho nas pontas também foi avaliada, mas descartada por dificultar o processo de mistura.

Tabela 9 - Características da fibra de aço

Características	Fibra de aço
Comprimento (mm)	12,0
Diâmetro (mm)	0,5
Fator de forma (l/d)	24,0
Resistência à tração a 870° C (MPa)	152
Faixa do ponto de fusão (°C)	1400 - 1550

Fonte: Astra Fibras Metálicas

3.2 Caracterização das Matérias-Primas

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

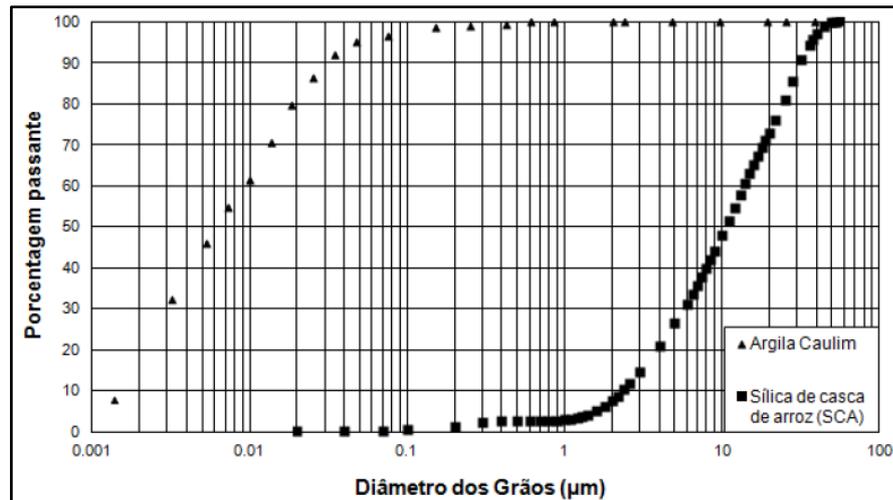
3.2.1 Granulometria das Matérias-Primas

O ensaio de granulometria para a argila caulim foi realizado por peneiramento e sedimentação conforme a NBR 7181 (1984), no Laboratório de Solos da UNIPAMPA, Campus Alegrete.

Para a SCA foi realizado o ensaio de granulometria a *laser* no Laboratório de Física da UNIPAMPA, Campus Bagé. Para a argila caulim, não foi possível determinar a granulometria pela técnica a *laser* porque ela é muito fina, o que atrapalha a dispersão das partículas.

A Figura 14 mostra os resultados dos ensaios através das curvas granulométricas da argila caulim e da SCA utilizadas. Observa-se que argila caulim apresentou um diâmetro médio das partículas de 0,01 μm , enquanto que a SCA exibiu um diâmetro médio das partículas de 13,53 μm .

Figura 14 - Curva granulométrica da argila caulim e da SCA



Fonte: Sobrosa (2014)

3.2.2 Mineralogia das Matérias-Primas

O método de difração de raios X (XRD) foi empregado para a análise da mineralogia da argila caulim, SCA e para as misturas, antes e após a queima. A análise de XRD para a SCA teve o objetivo de avaliar se sua estrutura é predominantemente amorfa.

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. A Figura 15 ilustra o equipamento utilizado.

Figura 15 - Difratômetro de raios X



Fonte: Próprio autor

3.3 Fabricação dos Corpos de Prova

A metodologia empregada para a execução desta pesquisa consiste em quatro etapas principais:

- ✓ Etapa 1: Preparação e caracterização das matérias-primas;
- ✓ Etapa 2: Preparação dos corpos de prova, com substituição da argila caulim, em volume, por 20% de SCA, 20% de microfibras cerâmicas e 1,9%, 3,8% e 5,6% de fibras de aço;
- ✓ Etapa 3: Execução dos ensaios físicos, mecânicos e térmico;
- ✓ Etapa 4: Análises no MEV.

De forma a cumprir com os objetivos proposto no trabalho, foi realizado um programa experimental composto pelos ensaios mostrados na Figura 9.

Foram realizadas seis formulações de cerâmica refratária, que estão apresentadas na Tabela 10 de acordo com sua nomenclatura.

Tabela 10 - Nomenclatura das cerâmicas refratárias

Nomenclatura	Cerâmica Refratária
AC	100% de argila caulim
20Si	80% de argila caulim e 20% de sílica (Cerâmica de Referência)
20Si20MC	60% de argila caulim, 20% de sílica e 20% de microfibra cerâmica
20Si1.9FA	78,1% de argila caulim, 20% de sílica e 1,9% de fibras de aço
20Si3.8FA	76,2% de argila caulim, 20% de sílica e 3,8% de fibras de aço
20Si5.6FA	74,4% de argila caulim, 20% de sílica e 5,6% de fibras de aço

Fonte: Próprio autor

O teor de SCA foi determinado com base na pesquisa realizada por (Sobrosa et al. (2017), o qual relata que a mistura com 20% de SCA apresenta melhor resistência mecânica dentre as misturas com 5%, 10% e 20%, devido ao melhor empacotamento de partículas.

As microfibras cerâmicas foram utilizadas com o intuito de aumentar o teor de alumina na mistura e melhorar a condutividade térmica e a resistência ao choque térmico dos materiais

desenvolvidos. O teor de microfibras foi definido aleatoriamente, pois não foram encontrados trabalhos publicados com o emprego desse material para tal finalidade.

Em relação aos teores volumétricos das fibras de aço, estes foram definidos a partir da análise dos resultados de Nunes, (2014) e Stochero, (2015). Nunes, (2014) relata que, com 1% de fibra, a cerâmica não resultou em comportamento dúctil, pois o volume de fibras é baixo. Já Stochero (2015) descreve que, mesmo com maiores teores de fibras, a cerâmica não atingiu o comportamento dúctil, pois a fibra utilizada, além de ser curta, é reta, o que não permite uma boa ancoragem.

Os teores de fibras de aço (FAs) empregados no presente trabalho foram baseados nos índices de reforço (Equação 2) do trabalho de Stochero (2015). O procedimento está explicado na sequência de equações.

- Equação 2: $Ir = Vf \times Ff$
- Fator de forma das FAs utilizadas no presente trabalho (Ff_{Nunes}): 24
- Fator de forma das FAs utilizadas por Stochero (2015) ($Ff_{Stochero}$): 15

- Cálculo do volume de fibras para a primeira mistura;

Volume de FAs utilizadas por Stochero (2015), mistura 1 ($Vf1_{Stochero}$): 3%

Calculando o índice de reforço de Stochero (2015) para mistura 1 ($Ir1_{Stochero}$):

$$Ir1_{Stochero} = Vf1_{Stochero} \times Ff_{Stochero}$$

$$Ir1_{Stochero} = 3\% \times 15$$

$$Ir1_{Stochero} = 45\%$$

Como deseja-se utilizar o mesmo índice de reforço de Stochero (2015), considera-se:

$$Ir1_{Stochero} = Ir1_{Nunes}$$

Calculando o volume equivalente das FAs utilizadas no presente trabalho ($Vf1_{Nunes}$):

$$Ir1_{Nunes} = Vf1_{Nunes} \times Ff1_{Nunes}, \text{ substituindo os valores;}$$

$$45\% = Vf1_{Nunes} \times 24$$

$$Vf1_{Nunes} = 1,9\%$$

- Seguindo as mesmas etapas anteriores para o cálculo do volume de fibras para a segunda mistura;

Volume de FAs utilizadas por Stochero (2015), mistura 2 ($Vf2_{Stochero}$): 6%

Calculando o índice de reforço de Stochero (2015) para mistura 2 ($Ir2_{Stochero}$):

$$Ir_2 \text{ Stochero} = Vf_2 \text{ Stochero} \times Ff \text{ Stochero}$$

$$Ir_2 \text{ Stochero} = 6\% \times 15 = 90\%$$

Considerando:

$$Ir_2 \text{ Stochero} = Ir_2 \text{ Nunes};$$

Volume equivalente das FAs utilizadas no presente trabalho ($Vf_2 \text{ Nunes}$):

$$Ir_2 \text{ Nunes} = Vf_2 \text{ Nunes} \times Ff_2 \text{ Nunes}, \text{ substituindo os valores};$$

$$90\% = Vf_2 \text{ Nunes} \times 24$$

$$Vf_2 \text{ Nunes} = 3,8\%$$

- Seguindo as mesmas etapas anteriores para o cálculo do volume de fibras para a terceira mistura;

Volume de FAs utilizadas por Stochero (2015), mistura 3 ($Vf_3 \text{ Stochero}$): 9%

Calculando o índice de reforço de Stochero (2015) para mistura 3 ($Ir_3 \text{ Stochero}$):

$$Ir_3 \text{ Stochero} = Vf_3 \text{ Stochero} \times Ff \text{ Stochero}$$

$$Ir_3 \text{ Stochero} = 9\% \times 15 = 135\%$$

Considerando:

$$Ir_3 \text{ Stochero} = Ir_3 \text{ Nunes};$$

Volume equivalente das FAs utilizadas no presente trabalho ($Vf_3 \text{ Nunes}$):

$$Ir_3 \text{ Nunes} = Vf_3 \text{ Nunes} \times Ff_3 \text{ Nunes}, \text{ substituindo os valores};$$

$$135\% = Vf_3 \text{ Nunes} \times 24$$

$$Vf_3 \text{ Nunes} = 5,6\%$$

3.3.1 Formulação das Massas Cerâmicas

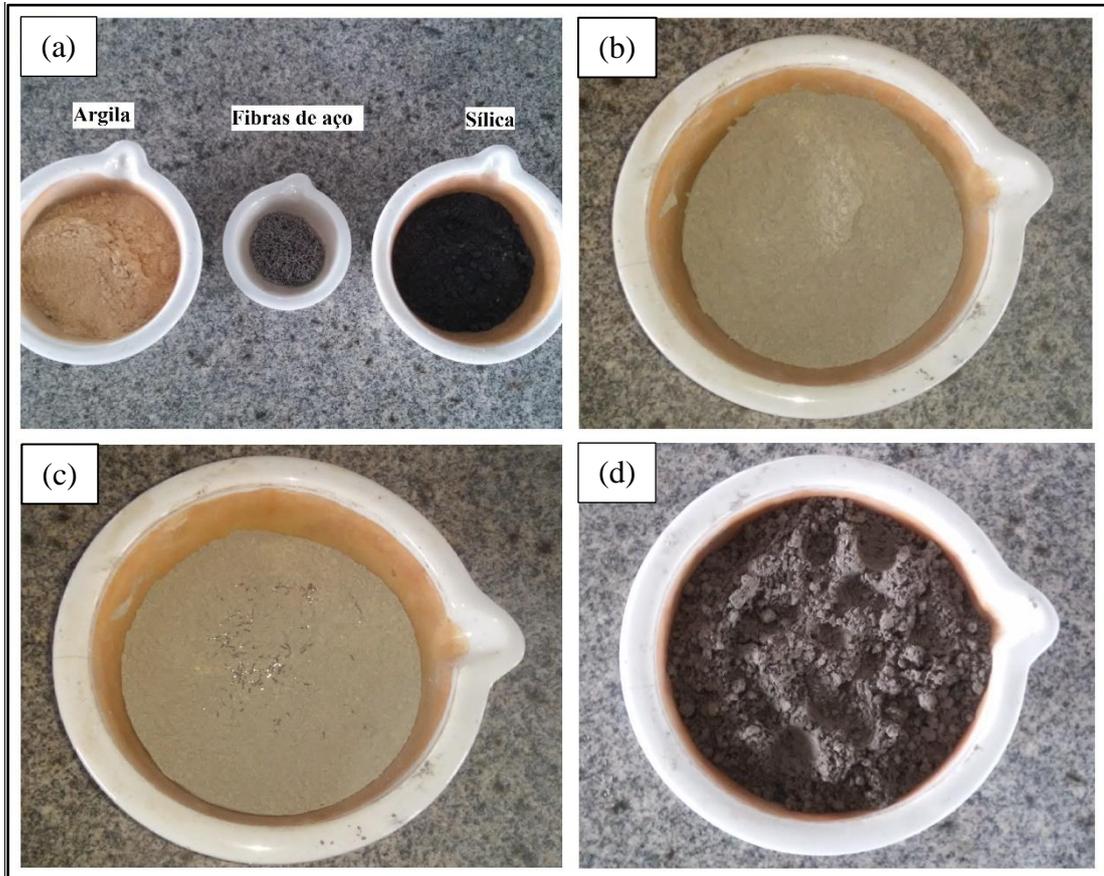
Primeiramente, as matérias-primas foram secas em estufa na temperatura de 110° C, por 24 horas, com o intuito de eliminar toda a umidade das mesmas.

Posteriormente, a argila e a sílica foram misturadas dentro da cuba do misturador planetário, sendo, em seguida, adicionadas as fibras e a água, respectivamente.

O teor de umidade foi determinado através de pré-testes realizados com a adição de 10% e 12% de água. De acordo com a aparência e a trabalhabilidade ao manusear os corpos de prova antes da queima, constatou-se que a umidade de 12% é a ideal para uma pressão de compactação de 20 MPa.

A Figura 16 apresenta a sequência de mistura da matéria-prima.

Figura 16 - Etapas da mistura das matérias-primas: (a) argila, fibras de aço e sílica antes da mistura; (b) mistura de argila e sílica; (c) mistura da argila, sílica, e fibras de aço e; e (d) mistura final



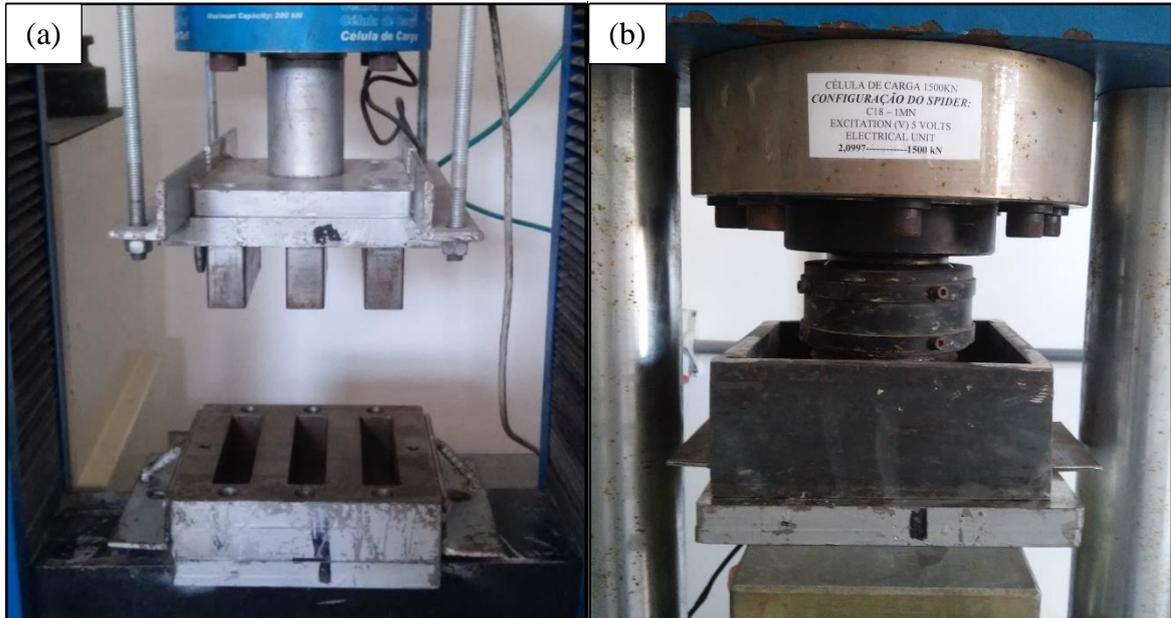
Fonte: Próprio autor

3.3.2 Prensagem dos Corpos de Prova

Os corpos de prova foram moldados em duas geometrias. Um com geometria de prisma retangular e outro com geometria de placas quadradas. O primeiro formato é necessário para utilizar nos ensaios físicos, mecânicos e térmico, e o segundo, para o ensaio de condutividade térmica.

A compactação dos corpos de prova em forma de prismas retangulares foi realizada com uma matriz de aço macho-fêmea, que possui capacidade de produzir três corpos de prova para cada prensagem. Cada cavidade da matriz tem dimensões de 150 mm de comprimento, 30 mm de largura e 50 mm de profundidade, conforme a Figura 17 (a).

Figura 17 - (a) Matriz para CPs prismáticos e (b) Matriz para CPs de placas



Fonte: Próprio autor

Para a prensagem dos corpos de prova prismáticos, foi utilizada uma prensa EMIC com capacidade de carga de 200 kN (Figura 18 (a)). As massas cerâmicas foram submetidas a compactação por prensagem uniaxial com ação única do travessão.

Figura 18 - (a) Prensa EMIC (200 kN) e (b) Prensa EMIC (1,5 MN)



Fonte: Próprio autor

A compactação dos corpos de prova com formato de placas quadradas foi realizada em uma matriz de aço macho-fêmea, com capacidade de moldar um corpo de prova por prensagem. A cavidade possui geometria quadrada com lados de 160 mm e altura de 50,8 mm, conforme a Figura 17 (b).

O procedimento realizado para moldar as placas quadradas foi dividido em dois estágios. O primeiro estágio foi realizado na prensa EMIC, com capacidade de carga de 200 kN, até atingir a força de 150 kN, com o objetivo de compactar a massa cerâmica para reduzir o espaço ocupado dentro da matriz e, posteriormente, ser aplicado o restante da carga em outra prensa EMIC, com capacidade de carga de 1,5 MN, conforme a Figura 18 (b).

O fator limitante de usar apenas uma prensa é que o equipamento de maior capacidade de força oferece um curso limitado, de apenas 25 mm.

Para a definição da pressão de compactação adotada levou-se em consideração a produção dos corpos de prova prismáticos retangulares, onde foi necessária a utilização da prensa que fornece maior curso do travessão, no caso, a prensa EMIC com capacidade de 200 kN. Por esse motivo, a pressão de compactação escolhida foi de 20 MPa, o que corresponde a uma carga de 180 kN distribuídos em duas cavidades do molde. A força correspondente à pressão de compactação de 20 MPa para a moldagem dos corpos de prova em forma de placas quadradas foi de 512 kN.

Sousa (2008) e Custódio et al. (2012) relatam a utilização de diferentes pressões de compactação, entre 15 MPa e 35 MPa, e concluem que, com a pressão de compactação de 20 MPa, já é possível obter um material denso, através da diminuição de volumes dos poros pelo deslizamento e reordenação das partículas. Kleebe et al. (2001) também descrevem a utilização de uma pressão de compactação de 20 MPa alcançando resultados satisfatórios.

A velocidade adotada nas etapas de compactação foi de 0,2 mm/minutos, tendo sido encerrado o processo quando a pressão de compactação atingiu 20MPa.

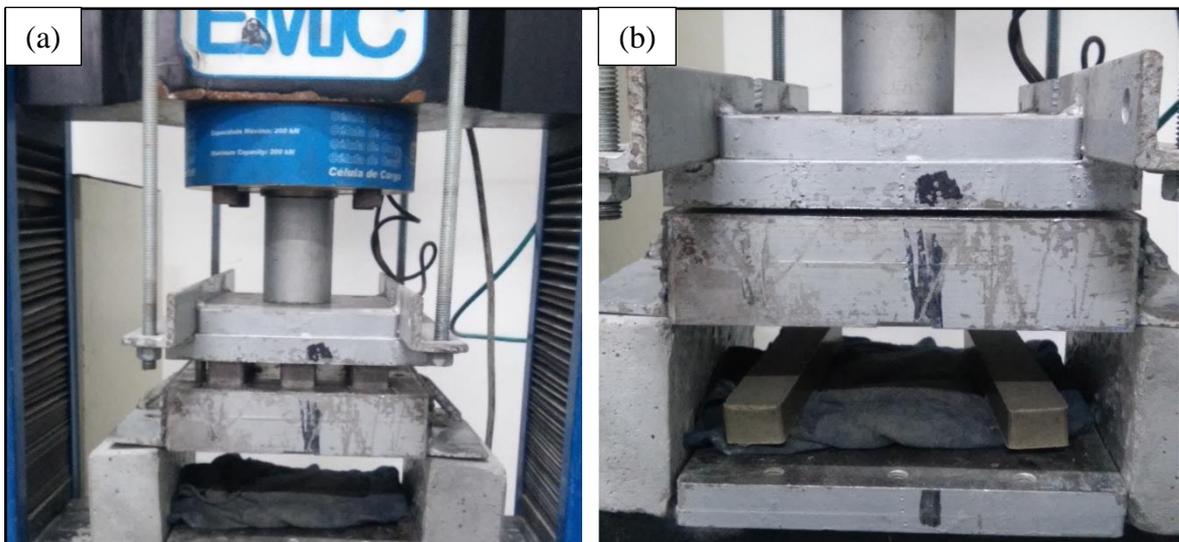
O procedimento de moldagem dos corpos de prova foi realizado no laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA, Campus Alegrete, em temperatura ambiente. Para cada mistura, foram moldados 35 corpos de prova com forma de prisma retangular, totalizando cerca de 210 corpos de prova. Para as placas quadradas foram moldados três corpos de prova para cada mistura, totalizando 18.

3.3.3 Extração dos Corpos de Prova

Após a etapa de compactação dos corpos de prova, foi preciso realizar o processo de extração dos mesmos. Primeiramente a “matriz fêmea” foi suspensa nas suas laterais e, em seguida, a “matriz macho” foi movimentada por meio do travessão da máquina, procedendo então à extração dos corpos de prova.

Vale salientar que foi necessário colocar um material que absorvesse o impacto dos corpos de prova quando estes caíam do molde, de modo a preservar a integridade dos mesmos. A Figura 19 demonstra este procedimento.

Figura 19 - Extração dos corpos de prova: (a) CPs dentro da matriz e (b) CPs já extraídos



Fonte: Próprio autor

3.3.4 Secagem dos Corpos de Prova

Após a prensagem, os corpos de prova foram medidos, identificados e alocados em uma câmara climática desligada (Figura 20), para evitar a perda de umidade acelerada. Durante o processo de secagem inicial, mediram-se as dimensões dos corpos de prova durante os sete primeiros dias, para controlar a perda de umidade e a retração linear.

Figura 20 - Câmera climática



Fonte: Próprio autor

Após a secagem inicial (sete dias), os corpos de prova foram colocados em uma estufa na temperatura de $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ pelo período de 48 horas (Figura 21), com o objetivo de eliminar toda a água utilizada no processo de fabricação.

Figura 21 - Corpos de prova dentro da estufa



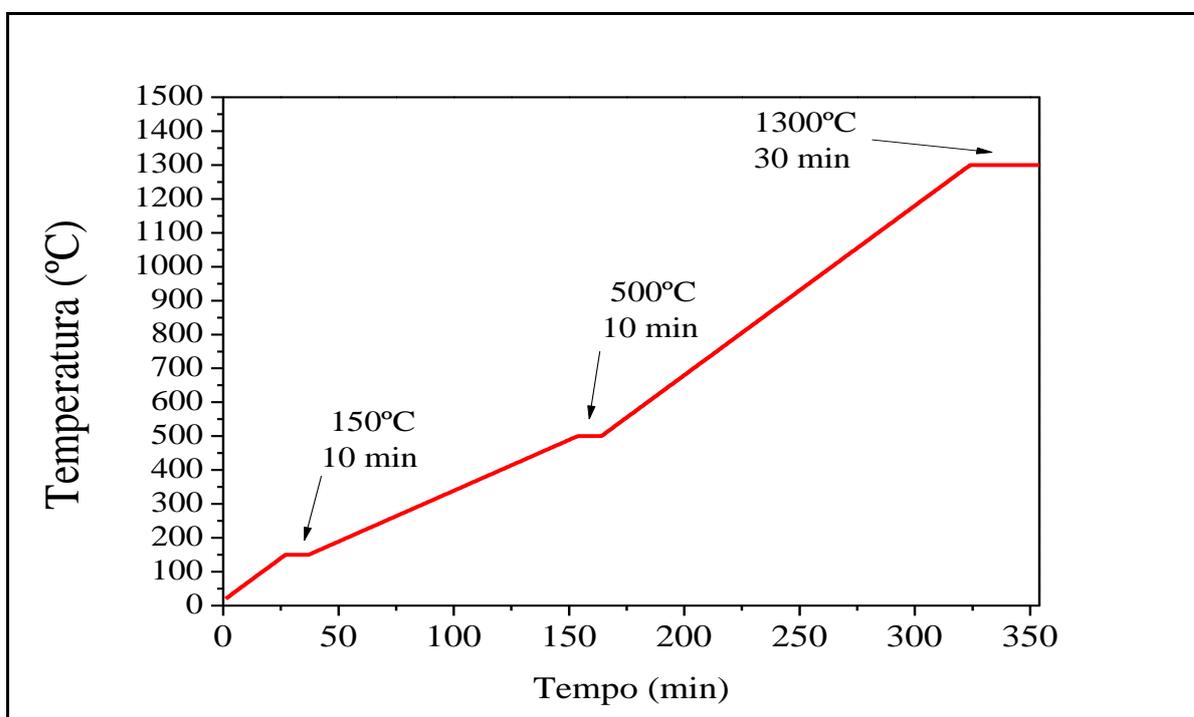
Fonte: Próprio autor

3.3.5 Sinterização dos Corpos de Prova

Depois de prensados e secos, os corpos de prova foram sinterizados em temperatura de 1300° C. Foi escolhida esta temperatura com base nos trabalhos de Stochero (2015) e Sobrosa et al. (2017), que recomendam esta temperatura para se obter menor porosidade e maior módulo de ruptura, assim como elevado grau de multização do material.

Utilizou-se uma rampa de aquecimento com três patamares, conforme a Figura 22. O primeiro patamar com aquecimento de 5° C/minuto até a temperatura de 150° C, onde permaneceu por 10 minutos para eliminação da umidade superficial: segundo patamar com aquecimento de 3° C/minuto até a temperatura de 500° C, onde permaneceu por mais 10 minutos para eliminação dos gases originários da combustão e reações químicas do material: e, posteriormente, no terceiro patamar com uma taxa de aquecimento de 5° C/minuto até a temperatura de 1300° C, onde permaneceu por 30 minutos. O resfriamento foi realizado de forma natural dentro do forno após seu desligamento.

Figura 22 - Rampa de aquecimento do processo de sinterização



Fonte: Próprio autor

Para a queima utilizou-se um forno simulador de queima para cerâmica, da marca Inti, modelo FRQ 1300/3 (Figura 23), com limite de temperatura de 1350° C. O forno está localizado no Laboratório de Química da UNIPAMPA, Campus Alegrete.

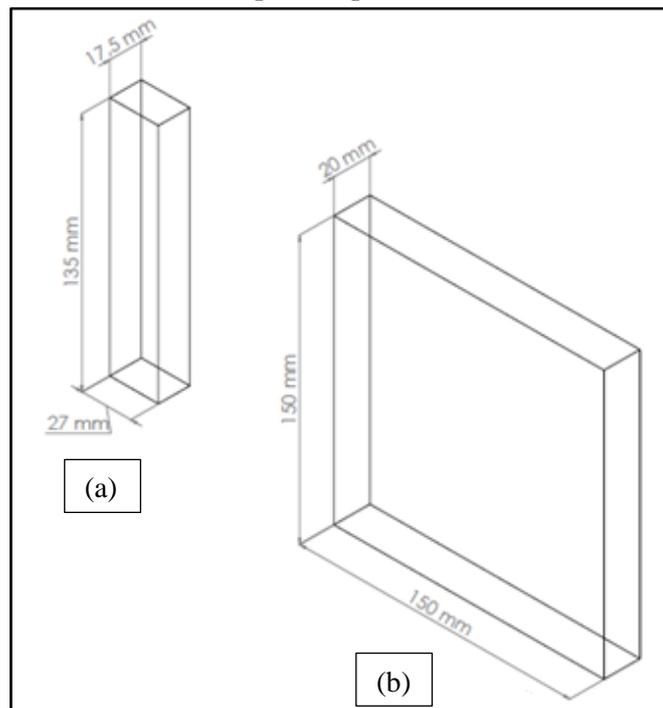
Figura 23 - Forno simulador de queima para cerâmica



Fonte: Próprio autor

Devido ao limite de espaço físico do interior do forno, foram sinterizados 10 corpos de prova com forma prismática por vez. Quando foram queimadas as placas quadradas, foi sinterizada apenas uma por vez. Em virtude da retração linear de queima, as dimensões típicas dos corpos de prova após a sinterização são apresentadas na Figura 24.

Figura 24 - Dimensões típicas dos corpos de prova após a sinterização: (a) prisma retangular e (b) placas quadradas



Fonte: Próprio autor

3.4 Caracterizações dos Corpos de Prova

Para a caracterização dos corpos de prova foram realizados ensaios físicos, mecânicos e térmico. Para cada tipo de análise, foram ensaiados três corpos de prova para cada mistura, com exceção da retração linear de queima e variação de massa, que foram avaliadas com a média de dez corpos de prova.

3.5 Análise Física

Para avaliar as propriedades físicas das cerâmicas refratárias, os corpos de prova refratários foram submetidos aos ensaios de porosidade aparente (PA), absorção de água (AA), densidade de massa (DM), retração linear de queima (RLQ), variação de massa (VM) e condutividade térmica (CT).

3.5.1 Densidade de Massa

Realizou-se o ensaio de acordo com a NBR 5017 (2015), que define a densidade de massa como sendo o resultado entre a relação da massa de material seco de um corpo de prova por seu volume de massa, e é dada pela Equação (3).

$$DM = \frac{MS}{ME - MI} \times \rho_{líq} \quad (3)$$

Onde:

DM – Densidade de massa aparente (g/cm³);

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

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

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

$\rho_{líq}$ – Densidade do líquido de imersão (g/cm³).

3.5.2 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 5017 (2015) pela Equação (4).

$$PA = \frac{(ME - MS)}{(ME - MI)} \times 100 \quad (4)$$

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).

3.5.3 Absorção de Água

Para o ensaio de absorção de água foi realizado o procedimento descrito pela NBR 5017 (2015), mas a equação usada para determinar essa propriedade foi a mesma utilizada por Demir (2008) (Equação 5).

$$AA = \frac{(MU - MS)}{MS} \times 100 \quad (5)$$

Onde:

AA – Absorção de Água (%);

MU – Massa do corpo de prova saturado (g);

MS – Massa do corpo de prova seco (g).

Para realizar o ensaio de densidade de massa, porosidade aparente e absorção de água, foram utilizados uma estufa para eliminar toda a umidade dos corpos de prova, uma bomba de vácuo, um dessecador, dois béqueres, uma balança com precisão de 0,01 g e uma balança hidrostática. Conforme é exibido na Figura 25.

Figura 25 - Equipamentos utilizados para os ensaios de porosidade aparente, absorção de água e densidade de massa



Fonte: Próprio autor

3.5.4 Retração Linear de Queima e Variação de Massa

Foram investigadas a retração linear e a variação de massa ocasionadas pela perda de água e matéria orgânica existente nos corpos de prova. Essa avaliação ocorreu após a etapa de sinterização.

A retração linear foi calculada através da Equação (6).

$$RLQ (\%) = \frac{C_o - C_f}{C_o} \times 100 \quad (6)$$

Onde:

RLQ – Retração linear de queima (%);

C_o – Comprimento inicial (mm);

C_f – Comprimento final (mm).

A variação de massa que também é conhecida por perda de massa ao fogo foi calculada através da Equação (7).

$$VM (\%) = \frac{M_o - M_f}{M_o} \times 100 \quad (7)$$

Onde:

VM – Variação de massa (%);

M_o – Massa inicial (g);

M_f – Massa final (g).

3.5.5 Condutividade Térmica

As medidas da condutividade térmica (fator k) foram obtidas através do medidor de Condutividade Térmica, modelo Fox 200, marca LaserComp, mostrado na Figura 26. A temperatura para a realização dos ensaios foi programada como sendo de 35° C para a placa fria (inferior) e de 60° C para a placa quente (superior).

Figura 26 - (a) Equipamento medidor de condutividade térmica LaserComp modelo Fox 200 e (b) corpo de prova dentro do equipamento



Fonte: Próprio autor

A condutividade térmica dos corpos de prova foi calculada (pelo *software* do equipamento) através da Equação (8):

$$K = \frac{N \cdot Q \cdot \Delta x}{\Delta T} \quad (8)$$

Onde:

K – Condutividade térmica (W/mK);

N – Fator de calibração do equipamento (W/m.K.cm);

Q – Fluxo térmico (mV);

Δx – Espessura da amostra (cm);

ΔT – Diferença entre a temperatura das placas quente e fria (mV).

Para medir a condutividade térmica do material, o equipamento produz um fluxo de calor por meio de duas placas, uma aquecida e outra com temperatura resfriada. O fluxo de energia térmica, por sua vez, passa através da peça que está posicionada entre as placas. Já que a diferença de temperatura entre as duas placas é conhecida, encontra-se o fluxo térmico que atravessa a peça. De posse do fluxo térmico, da espessura da amostra e variação de temperatura, encontra-se a condutividade térmica do material.

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Mecânica Aplicada na UNIPAMPA, Campus Alegrete. O método é realizado conforme a norma ASTM C518.

Os corpos de prova utilizados para este procedimento possuem dimensões aproximadas de 150 mm x 150 mm x 20 mm, conforme a Figura 24 (b).

3.6 Ensaios Mecânicos

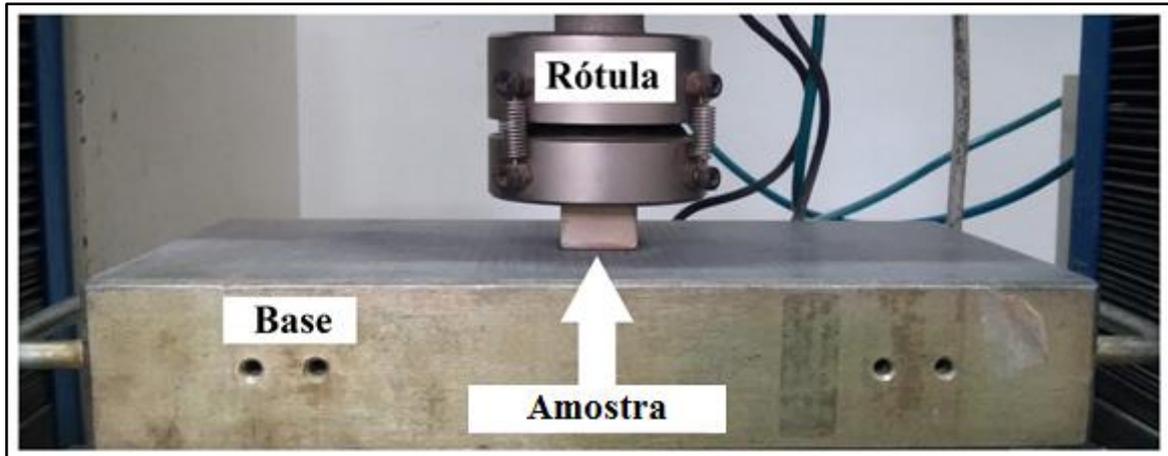
Para avaliar as propriedades mecânicas das cerâmicas refratárias, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão e tração na flexão em três pontos.

3.6.1 Resistência à Compressão

O ensaio de resistência à compressão à temperatura ambiente foi realizado conforme as orientações da NBR 10059-2 (2014).

Executou-se o procedimento no Laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA, Campus Alegrete, em uma prensa da marca EMIC com capacidade de carga de 200 kN. A velocidade empregada no ensaio foi de 0,2 mm/minuto. A Figura 27 apresenta a instrumentação do ensaio.

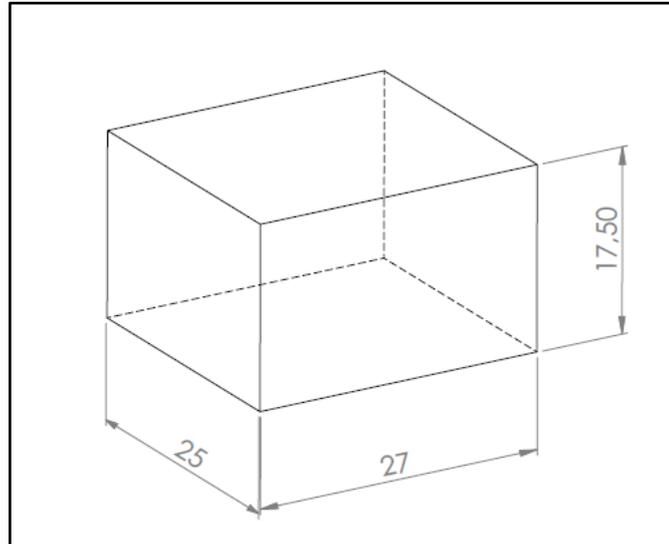
Figura 27 – Arranjo experimental do ensaio de resistência à compressão



Fonte: Próprio autor

Neste experimento foi necessário realizar o corte dos corpos de prova para que estes ficassem nas dimensões requeridas pelo equipamento de ensaio. As dimensões dos mesmos estão mostradas na Figura 28. Foram ensaiados três corpos de prova para cada mistura.

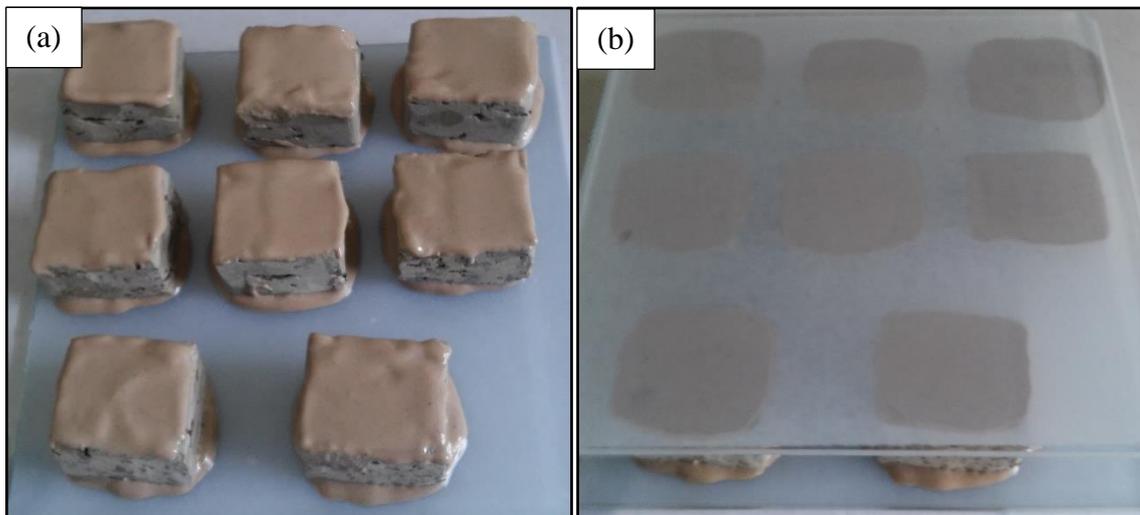
Figura 28 - Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de compressão (mm)



Fonte: Próprio autor

É importante salientar que os corpos de prova foram recobertos em suas faces com cola Epóxi Sikadur 32 e prensados com placas de vidro, com o objetivo de evitar pequenas irregularidades nas superfícies, garantindo, assim, uma distribuição uniforme das tensões quando as faces fossem comprimidas. Este procedimento está ilustrado na Figura 29.

Figura 29 - Capeamento dos corpos de prova para o ensaio de compressão: (a) CPs com epóxi
(b) prensados com vidro



Fonte: Próprio autor

3.6.2 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 (2012), e calculada pela Equação (9).

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2ab^2} \quad (9)$$

Onde:

σ_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).

Realizou-se o ensaio no Laboratório de Mecânica Aplicada na UNIPAMPA Campus Alegrete, onde foi utilizada uma máquina universal da marca Shimadzu, com capacidade de carga de 5 kN (Figura 30). Neste procedimento adotou-se a velocidade de 0,15 mm/minuto.

Figura 30 - Equipamento para realizar o ensaio de flexão em três pontos



Fonte: Próprio autor

As dimensões dos corpos de prova utilizados para este ensaio são as mesmas da Figura 24 (a). Neste experimento foram ensaiados três corpos de prova para cada mistura.

Após o ensaio de flexão, as superfícies de fratura dos corpos de prova foram analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), com o objetivo de analisar os mecanismos de fratura das amostras. Foi utilizado um equipamento modelo EVO MA10 marca Zeiss, localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica da UNIPAMPA, Campus Alegrete (Figura 31).

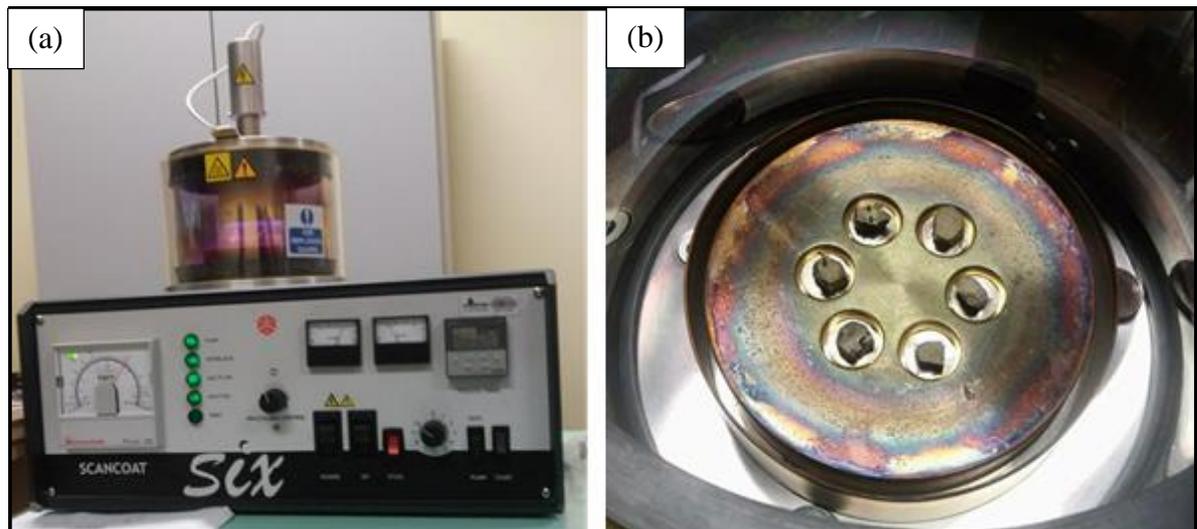
Figura 31 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV)



Fonte: Próprio autor

Como os corpos de prova são cerâmicos, e conseqüentemente não condutores, foi necessário realizar uma preparação das amostras com recobrimento de ouro. Para o procedimento utilizou-se um equipamento Scancoat Six Sputter Coater no Laboratório de Microscopia Eletrônica da UNIPAMPA, Campus Alegrete, conforme a Figura 32 (a). As amostras foram previamente preparadas em tamanhos de no máximo 9 mm de diâmetro e posteriormente metalizadas, conforme a Figura 32 (b).

Figura 32 - (a) Metalizadora de amostras e (b) amostras metalizadas



Fonte: Próprio autor

3.6.3 Tenacidade

Conforme o procedimento adotado por Marangon (2011), a Equação (10) foi utilizada para determinar a tenacidade. A área sob a curva foi obtida por integração da curva Tensão vs Deslocamento através do *software* Origin 8.

$$T = \frac{A}{b.h} \quad (10)$$

Onde:

T – Tenacidade (KJ/m²);

A – Área sob a curva;

b – Largura da seção transversal da amostra;

h – Altura da seção transversal da amostra.

Calcularam-se as tenacidades para as curvas de compressão e flexão em três pontos. Os deslocamentos foram definidos de acordo com as curvas típicas apresentadas em cada ensaio (compressão e flexão), com o objetivo de estimar a tenacidade no momento de pico e no decorrer da deformação pós-pico. Os deslocamentos definidos para o cálculo de tenacidade foram:

- Ensaio de compressão: deslocamento de pico e deslocamentos de 1,5 mm, 2 mm e 3 mm;
- Ensaio de flexão em três pontos: deslocamento de pico e deslocamentos de 0,5 mm, 1 mm, 2 mm e 4 mm.

3.7 Ensaio Térmico

3.7.1 Resistência ao Choque Térmico

Realizaram-se ensaios de choque térmico com resfriamento em água, com o objetivo de avaliar a influência da variação brusca da temperatura nas propriedades mecânicas dos corpos de prova submetido a ciclos térmicos. Este ensaio seguiu as especificações da NBR 13202 (2015).

Os corpos de prova foram submetidos a um aquecimento até à temperatura de 1200° C, onde permaneceram pelo período de 10 minutos.

Após esse período, os corpos de prova foram imediatamente retirados do forno e lançados em um tanque contendo água, onde permaneceram por mais 5 minutos.

Em seguida, os corpos de prova foram removidos e, depois de 5 minutos na temperatura ambiente, levados novamente ao forno para um novo ciclo. Este procedimento se repete até que os corpos de prova se partam.

Para o referido ensaio, utilizou-se o mesmo forno empregado para a queima dos corpos de prova e um tanque com água à temperatura ambiente. As dimensões dos corpos de prova para este ensaio são as mesmas da Figura 24 (a). Neste experimento foram ensaiados três corpos de prova para cada mistura.

A resistência ao choque térmico é representada pela Equação (11).

$$RCT = \frac{A}{B} \quad (11)$$

Onde:

RCT – Resistência ao choque térmico;

A – Número de ciclos para o aparecimento da primeira trinca;

B – Número de ciclos para a ruptura total da amostra.

3.8 Análise Estatística

Os valores dos resultados médios dos diferentes procedimentos experimentais executados no presente trabalho foram analisados através da análise de variância (ANOVA) para identificar se haveria diferenças entre as médias dos tratamentos. Toda vez em que a ANOVA apontou pelo menos uma diferença entre as médias, aplicou-se o teste Tukey para comparação das médias e, assim, apontar quais são as médias significativamente diferentes. Estes testes estatísticos se complementam com o objetivo de apontar se existem diferenças significativas entre os resultados das diferentes situações. Todas as análises estatísticas estão apresentadas no Apêndice I.

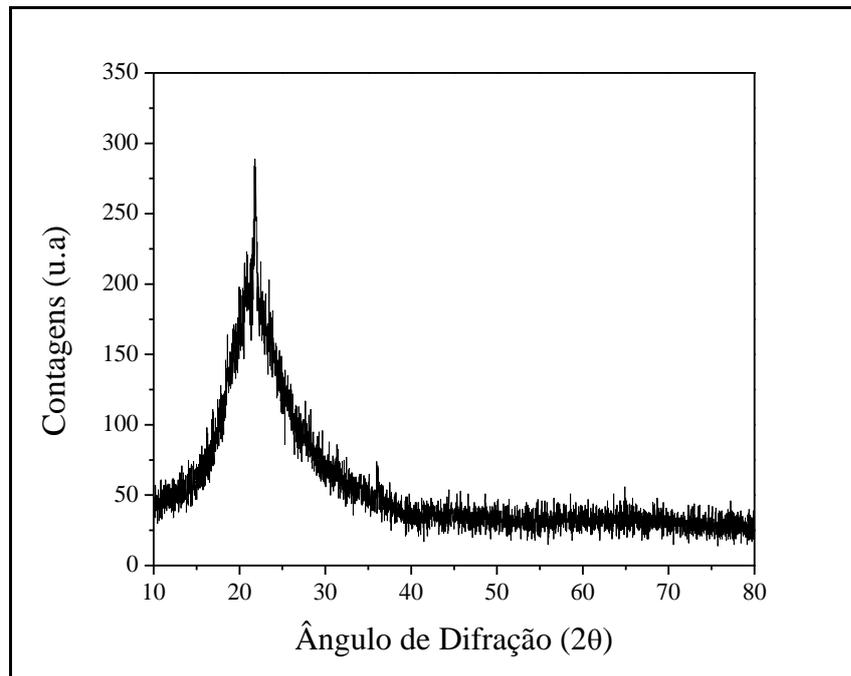
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os principais resultados obtidos a partir dos diversos testes experimentais realizados com as cerâmicas refratárias.

4.1 Difração de Raios X

A Figura 33 apresenta a análise mineralógica da SCA indicando uma estrutura predominantemente amorfa. O pico largo e difuso situado entre 15° e 35° (2θ) é característico de um material predominantemente amorfo. Esta característica vem ao encontro dos relatos de Soltani et al. (2015), que menciona que a presença de sílica amorfa ou cristalina deve-se à forma de queima da casca de arroz, estando ligada diretamente à temperatura empregada e ao método de obtenção da cinza (forno com leito fluidizado, forno rotativo, etc.).

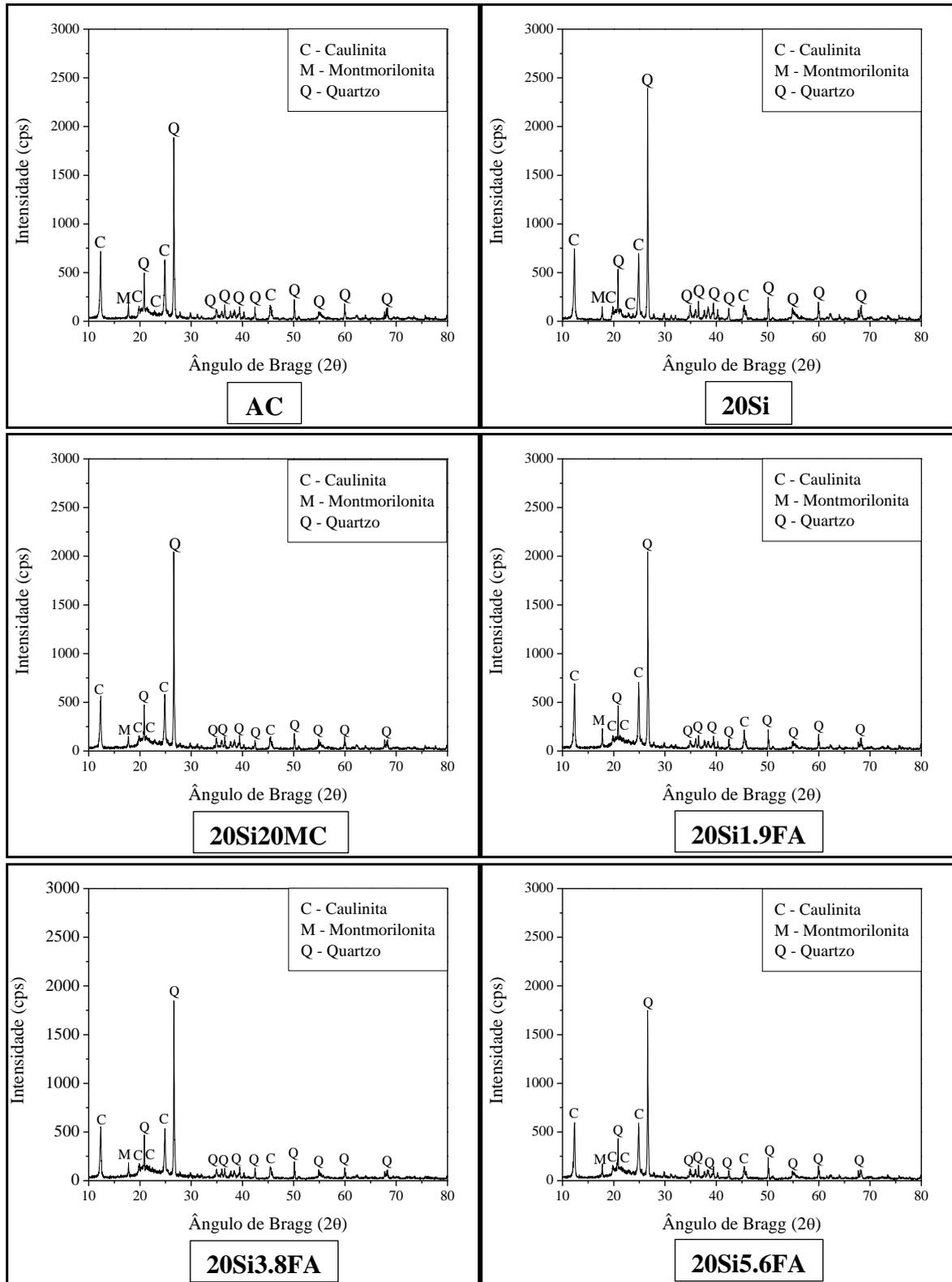
Figura 33 - Espectro de difração de raios X da SCA



Fonte: Próprio autor

A caracterização mineralógica da argila refratária e suas respectivas substituições antes da sinterização são mostradas na Figura 34.

Figura 34 - Resultados das análises de difrações de raios X antes da sinterização



Fonte: Próprio autor

De acordo com os difratogramas XRD da Figura 34, todas as misturas são predominantemente compostas por quartzo (SiO_2) e caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) associadas a um pico de montmorilonita ($(\text{Na,Ca})_{0,3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2.n\text{H}_2\text{O}$). O elevado teor de sílica nas misturas é representado pelo quartzo e pela caulinita. A alumina presente nas misturas está associada à presença do mineral caulinita. O pico de montmorilonita deve-se possivelmente aos elementos químicos como Ca, Na, Al e Mg presentes na composição química das matérias-primas.

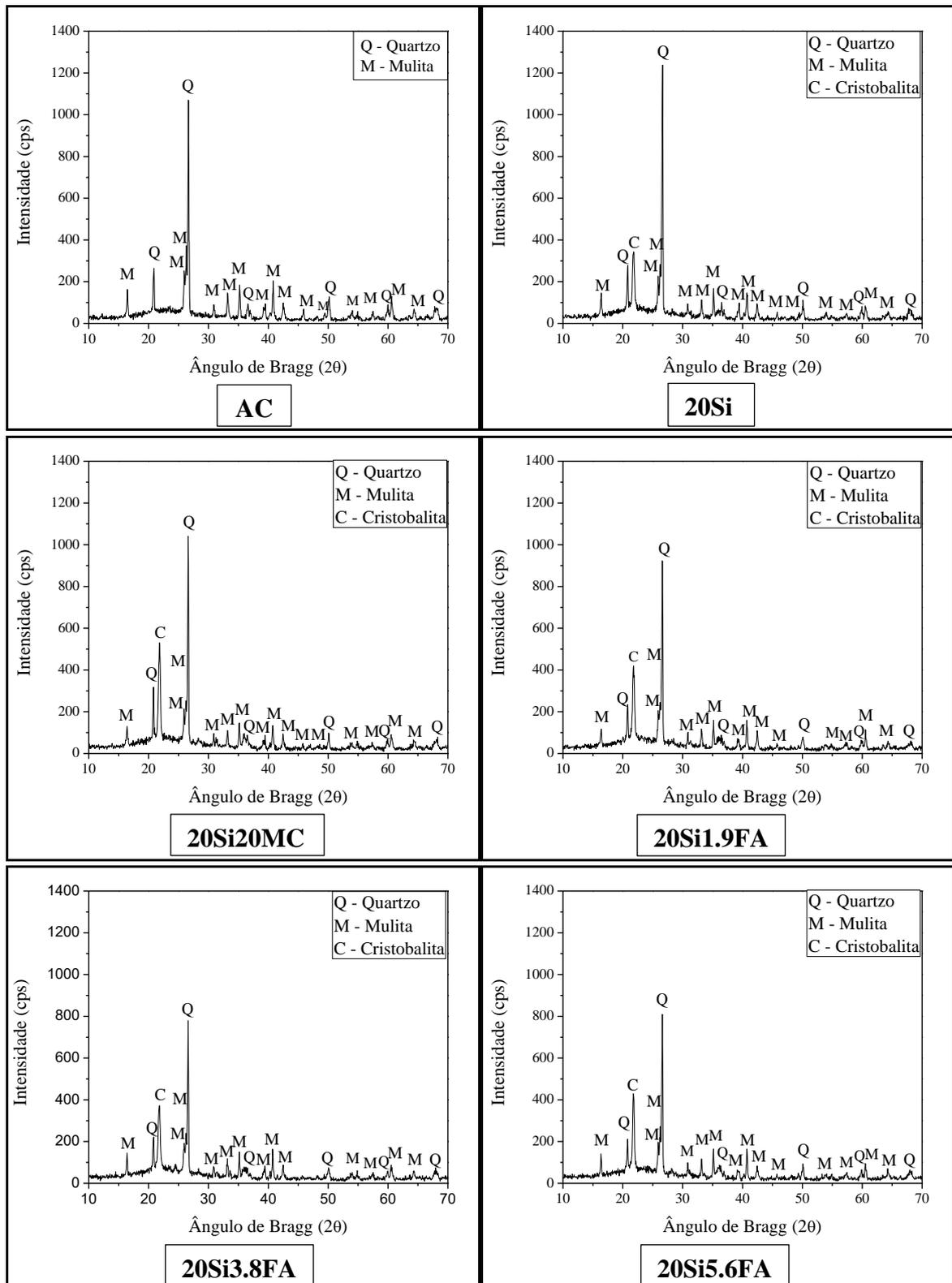
A Figura 35 mostra os resultados das difrações após o processo de sinterização das cerâmicas. Vale ressaltar que as amostras são analisadas na forma de pó, e, por esse motivo, os resultados não apresentam nenhuma contribuição das fibras de aço na formação das fases.

Após a sinterização foram identificadas as fases de quartzo (SiO_2) e mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$) na cerâmica **AC**, e quartzo, mulita e cristobalita (SiO_2) nas demais. A presença de quartzo após a sinterização indica que não houve total transformação dessa fase, possivelmente porque o tempo ou temperatura não foram suficientes.

Mas, a redução da intensidade dos picos de quartzo indica que ocorreu parte de sua dissolução na fase líquida, formando a mulita e a cristobalita. A presença dessas fases (mulita e cristobalita) já era esperado, uma vez que no diagrama de fases para o sistema sílica-alumina (Figura 2) a faixa de temperatura que as amostras foram sinterizadas aponta exatamente as fases presentes naquela faixa de composição.

A formação de mulita deve-se ao fato de que a reação ocorrida entre a sílica e a alumina presentes nas misturas atingiu a estequiometria dessa fase cristalina, a qual corresponde a $3\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$, como também tem sido relatado por outros autores, Simanjuntak et al. (2013) e Navarro et al. (2014). De acordo com Sembiring e Simanjuntak (2012), essa reação ocorre a partir de 1000°C , dependendo das características das matérias-primas. Já Sahnoune et al. (2008) relata que a partir da temperatura de 1150°C principia a formação de mulita primária e, em seguida, a partir de 1300°C a mulita secundária começa a formar-se. Na temperatura de 1450°C a formação de mulita é clara, mas não completa, coexistindo uma pequena fração de Al_2O_3 e cristobalita. A 1550°C a formação de mulita é completa e apenas seus picos estão presentes nas difrações de raios X. Fica notório que a temperatura de formação da fase mulita é dependente da reatividade da matéria-prima.

Figura 35 - Resultados das análises de difrações de raios X após a sinterização



Fonte: Próprio autor

Para as cerâmicas com adição de SCA, verificou-se o surgimento da fase cristalina cristobalita, mantendo inalterados os picos de mulita. Segundo Amrane et al. (2011), este fato

indica que o excesso de sílica (quartzo) presente na matéria-prima transformou-se parcialmente em cristobalita no momento da sinterização (1300° C). Andreola et al. (2013) acrescentam que a partir da temperatura de 900° C começa a ocorrer a nucleação e o crescimento da fase cristobalita a partir do quartzo.

Os picos de cristobalita também indicam que a temperatura de sinterização (1300° C) foi suficiente para a formação de fase líquida, entretanto, não houve alumina suficiente na mistura para que ocorresse a reação e, conseqüentemente, a formação de mais fase mulita, resultando, dessa maneira, nos picos de cristobalita. Kolli et al. (2007) afirmam que a sílica em excesso na mistura que transformou-se em cristobalita na temperatura de 1300° C, pode tornar-se novamente amorfa se levada à temperatura de 1450° C.

4.2 Ensaios Físicos

4.2.1 Resultados de Porosidade Aparente, Absorção de Água e Densidade de Massa

A Tabela 11 e a Figura 36 apresentam os resultados (média e desvio padrão) da porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e densidade de massa (DM) das seis formulações cerâmicas.

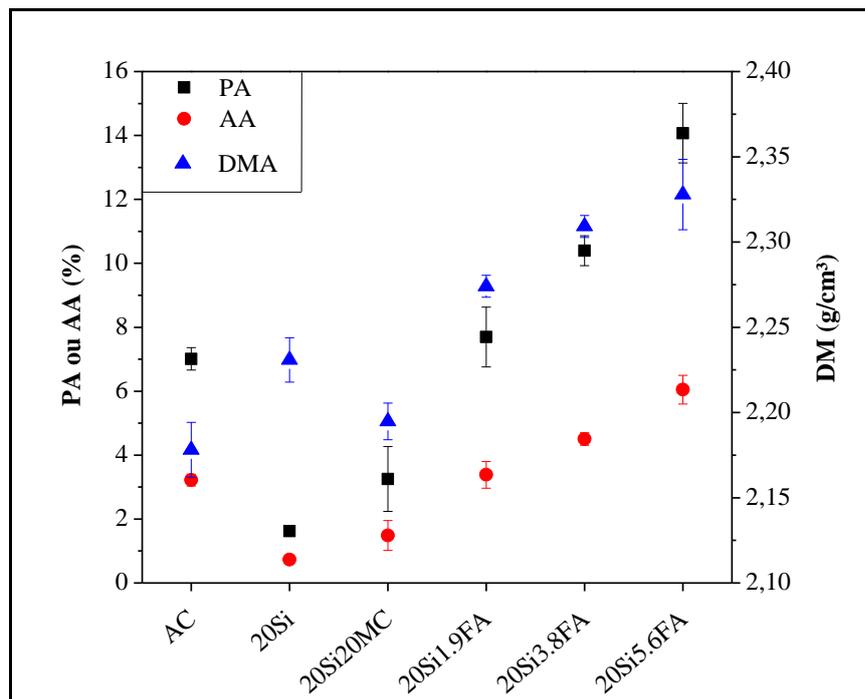
Tabela 11 - Propriedades físicas das amostras

Cerâmicas	PA (%)	AA (%)	DM (g/cm³)
AC	7,010 ± 0,370	3,219 ± 0,186	2,178 ± 0,016
20Si	1,622 ± 0,156	0,728 ± 0,074	2,231 ± 0,013
20Si20MC	3,255 ± 1,016	1,484 ± 0,469	2,195 ± 0,011
20Si1.9FA	7,697 ± 0,935	3,385 ± 0,417	2,274 ± 0,006
20Si3.8FA	10,396 ± 0,469	4,502 ± 0,197	2,309 ± 0,006
20Si5.6FA	14,071 ± 0,932	6,047 ± 0,450	2,328 ± 0,021

Fonte: Próprio autor

PA = porosidade aparente; AA = absorção de água; e DM = densidade de massa

Figura 36 - Resultados de PA, AA e DM



Fonte: Próprio autor

A análise estatística dos resultados da Tabela 11 mostra que ocorreu uma redução na porosidade aparente e na absorção de água da cerâmica **20Si** em relação à cerâmica somente com argila (**AC**).

A adição de SCA reduziu a porosidade da cerâmica **20Si** em 76,9%. Este resultado está relacionado ao efeito da adição de SCA, uma vez que, quando ocorre a sinterização, a sílica presente na mistura em forma de quartzo inicia a formação de fase líquida. Assim, uma parte reage com a alumina presente na mistura formando a fase mulita, e outra parte transforma-se em cristobalita e penetra nos poros existentes, fechando-os e isolando dos poros vizinhos, enquanto que o restante continua na forma de quartzo.

A cerâmica **AC**, a qual apresenta o maior percentual de alumina, que é um óxido refratário, deve formar menor fase líquida durante a sinterização e, conseqüentemente, exibir maior porosidade. Esse comportamento vem ao encontro do mecanismo relatado pelos autores Baccour et al. (2009), que utilizaram matéria-prima semelhante à deste trabalho.

A menor porosidade aparente da cerâmica **20Si** também pode ser justificada pelo melhor empacotamento da mistura granular. Sobrosa et al. (2017), que utilizou a mesma argila deste trabalho, relata maior empacotamento da mistura com substituição de 20% de sílica em relação à mistura somente com argila, o que resultou em um material com menor porosidade e maior densidade.

A inclusão de fibras de aço nos teores de 1,9%, 3,8% e 5,6% aumentou a porosidade aparente das cerâmicas em 374,5%, 540,9% e 767,5%, respectivamente, em relação à **20Si**. Os resultados de absorção de água também expressam um aumento de 365,7%, 518,4% e 730,6%, respectivamente.

Os maiores valores de porosidade aparente apresentados pelas cerâmicas com fibras de aço podem ser justificados pelo fato de que as fibras formam vazios presentes na interface fibra-matriz, que, por sua vez, estabelecem uma fração significativa de porosidade aberta nesta região, conforme demonstrado nas imagens do MEV (seção 4.3.3.1). Vekinis, Sofianopoulos e Tomlinson (1997) relataram o mesmo comportamento, afirmando que uma porção significativa da porosidade é devido às lacunas formadas entre as fibras e a matriz. Um dos fatores que originam esse tipo de porosidade é provavelmente a diferença de expansão térmica entre as fibras de aço e a matriz cerâmica.

A variação da porosidade afeta diferentes propriedades, tais como a densidade, uma vez que, quanto maior o número de vazios, menos denso é o material. A densidade de massa da cerâmica **20Si** é 2,4% superior à cerâmica **AC**. Este resultado sugere que as cerâmicas com SCA formam maior quantidade de fase líquida durante a sinterização e, conseqüentemente, deixam o material mais denso. Resultados similares foram relatados por Hossain et al. (2017).

Conforme mencionado por Kalapathy, Proctor e Shultz (2003), a maior densidade reflete em propriedades importantes dos tijolos refratários, tais como aumento da resistência mecânica, o que é um ponto positivo, e aumento da condutividade térmica, o que é um ponto negativo quando se trata de materiais refratários. Além disso, a densidade das cerâmicas é influenciada pelo grau de retração das peças, onde um maior valor de retração contribui para a maior densificação das peças e, conseqüentemente, menor porosidade.

Quando comparados os resultados das cerâmicas com fibras de aço com a cerâmica **20Si**, percebe-se um aumento da densidade de massa com o acréscimo do volume de fibras. Esse comportamento era esperado, uma vez que a massa específica das fibras de aço (7800 kg/m³) é muito maior do que a da argila (2030 kg/m³) e da SCA (1700 kg/m³).

Por outro lado, o trabalho de Stochero (2015) indica valores das propriedades físicas relativamente diferentes, principalmente a porosidade aparente, atribui-se essa dessemelhança a atualização da norma que rege esse experimento, anteriormente a atualização, ela seguia um método de encharcamento das amostras por fervura e agora emprega o encharcamento mais acelerado através de vácuo.

4.2.2 Resultados de Retração Linear de Queima e Variação de Massa

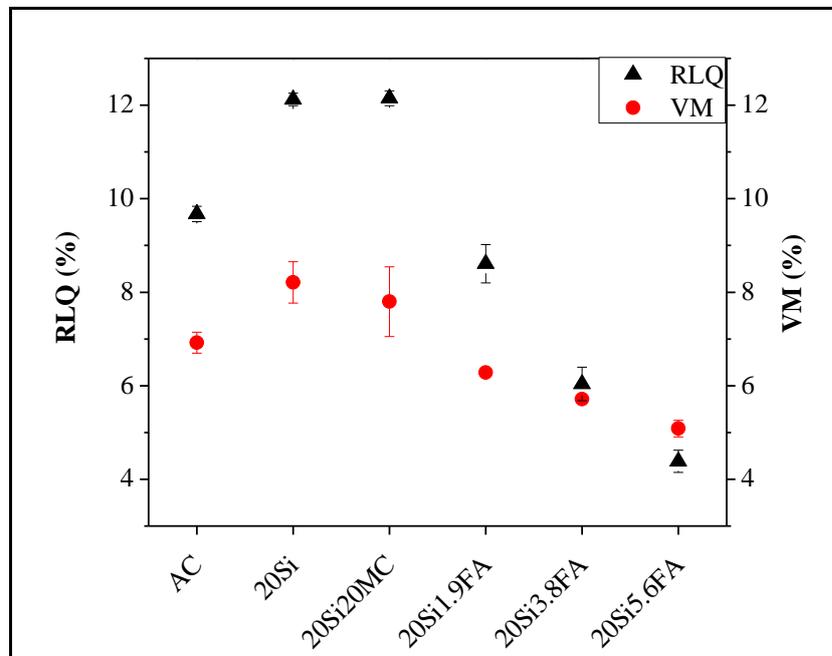
A Tabela 12 e a Figura 37 apresentam as médias e os respectivos desvios padrões da retração linear de queima (RLQ) e variação de massa (VM) das diferentes amostras investigadas.

Tabela 12 - Resultados médios e desvios padrões de RLQ e VM

Cerâmicas	RLQ (%)	VM (%)
AC	$9,674 \pm 0,161$	$6,923 \pm 0,223$
20Si	$12,123 \pm 0,133$	$8,209 \pm 0,442$
20Si20MC	$12,148 \pm 0,157$	$7,799 \pm 0,744$
20Si1.9FA	$8,607 \pm 0,409$	$6,281 \pm 0,057$
20Si3.8FA	$6,039 \pm 0,356$	$5,717 \pm 0,084$
20Si5.6FA	$4,383 \pm 0,237$	$5,085 \pm 0,176$

Fonte: Próprio autor

Figura 37 - Resultados médios de retração linear de queima e variação de massa



Fonte: Próprio autor

A análise estatística da RLQ aponta que todas as cerâmicas são estatisticamente diferentes, com exceção da cerâmica **20Si** e a **20Si20MC**.

Os resultados de RLQ indicam um aumento de 26% com o uso de sílica em relação à **AC**. Segundo Bragança e Bergmann (2004), em temperaturas superiores a 1200° C, inicia-se a formação de fase líquida em consequência da fusão parcial dos elementos menos refratários presentes na massa cerâmica promovendo maior retração nas cerâmicas. Amrane et al. (2011) descreve que a fase líquida, por sua vez, provoca a aproximação das partículas e consequentemente a maior retração da peça. Ao que tudo indica, a mistura com maior teor de sílica (**20Si**) facilita a formação de fase líquida por apresentar maior teor de quartzo.

As misturas com fibras de aço apresentaram valores de RLQ e variação de massa bastante baixos, menores inclusive que a cerâmica **AC**. A adição de fibras de aço resultou em uma redução progressiva de RLQ atingindo redução de até 64,1% para a amostra **20Si5.6FA**.

Conforme os resultados descritos por Salih e Mohammed (2012), as fibras de aço trabalham para limitar a retração das cerâmicas e manter as dimensões do material, todavia, essa restrição produz esforços de tração na massa cerâmica e, como resultado, uma possível fissuração dos corpos de prova.

A cerâmica **20Si** apresentou um aumento de 17,9% de variação de massa em relação à cerâmica **AC**. A perda de massa da cerâmica **20Si** explica-se devido à maior quantidade de materiais fibrosos orgânicos presentes na SCA. Uma vez que as cascas de arroz são queimadas em temperaturas de até 780° C, quando os corpos de prova são sinterizados em temperatura de 1300° C ocorre a volatilização do restante da matéria orgânica presente. Esses efeitos também são relatados por Eliche-Quesada et al. (2017) em um estudo anterior.

4.2.3 Resultados de Condutividade Térmica

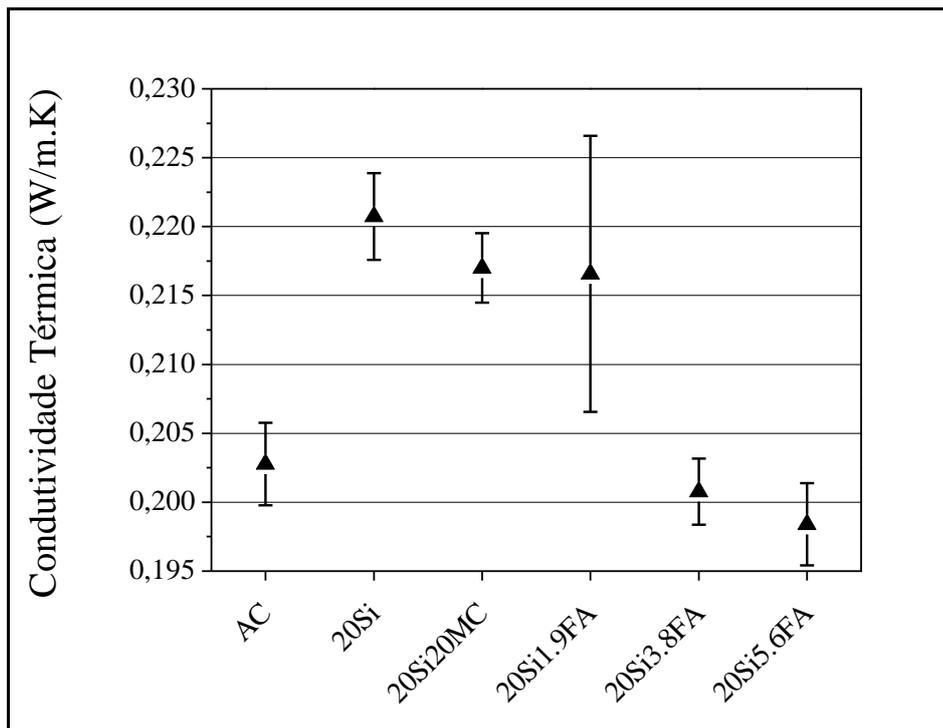
A Tabela 13 e a Figura 38 exibem os valores de condutividade térmica dos corpos de prova.

Tabela 13 - Resultados médios de condutividade térmica

Cerâmica	Condutividade Térmica (W/m.K)
AC	$0,2028 \pm 0,003$
20Si	$0,2207 \pm 0,003$
20Si20MC	$0,2170 \pm 0,006$
20Si1.9FA	$0,2166 \pm 0,013$
20Si3.8FA	$0,2008 \pm 0,002$
20Si5.6FA	$0,1984 \pm 0,006$

Fonte: Próprio autor

Figura 38 - Resultados médios de condutividade térmica



Fonte: Próprio autor

Inicialmente, é importante salientar que existem dois mecanismos principais de transporte de calor nos materiais cerâmicos, são eles: transmissão por fônons e por radiação (GONÇALVES; BERGMANN, 2007). Para testes de baixas temperaturas, como é o caso deste trabalho, o mecanismo de transmissão de calor mais importante é o por fônons, pois a influência

da radiação na condutividade térmica só é considerada em temperaturas elevadas (acima de 800° C), onde a intensidade da radiação emitida é maior.

A análise estatística aponta diferença entre a cerâmica de referência e a **AC** e também das cerâmicas **20Si3.8FA** e **20Si5.6FA**, além da diferença entre a **20Si1.9FA** e a **20Si5.6FA**.

Observa-se um aumento de 8,9% no valor de condutividade térmica da cerâmica **20Si** (0,2207 W/m.K) em relação à cerâmica **AC** (0,2028 W/m.K). Tal comportamento está relacionado à menor porosidade exibida pelas cerâmicas **20Si**, a qual também pode ser vista nas imagens de MEV.

Acredita-se que, apesar da cerâmica **AC** apresentar maior volume de poros na microestrutura do material, o diâmetro dos poros presentes nas cerâmicas **20Si** são maiores fazendo com que os valores de condutividade sejam próximos.

As cerâmicas somente com argila apresentaram valores de porosidade aparente (porosidade aberta) consideravelmente superiores às cerâmicas com SCA, entretanto, a porosidade fechada que provavelmente influenciou nos resultados de condutividade não é considerada por essa análise (porosidade aparente), também justificando a proximidade dos resultados.

De outra forma, Li et al. (2016) relatam que além da porosidade e do tamanho dos poros a quantidade de poros interligados é outro fator que afeta a condutividade térmica, uma vez que os poros e as interfaces diminuem principalmente a área de seção através da qual o calor é transportado pelos fônons.

A cerâmica **20Si20MC** não apontou diferença significativa nos resultados, sinalizando que o teor de microfibras cerâmica utilizado não foi suficiente para alterar a condutividade dessa mistura.

Em relação às cerâmicas **20Si1.9FA**, **20Si3.8FA** e **20Si5.6FA** verifica-se que houve redução de 1,9%, 9,1% e 10,1% em relação à cerâmica **20Si**, respectivamente. Percebe-se que, com o aumento do volume de fibras de aço, a condutividade diminuiu, sendo o menor valor para a cerâmica com maior teor de fibras (**20Si5.6FA**). Esse comportamento justifica-se, do ponto de vista térmico, dado que os poros no entorno das fibras atuam como obstáculos dificultando a propagação dos fônons. O efeito final será, portanto, a atenuação da condutividade térmica por condução de fônons.

Como citado no item 2.3.1, o principal mecanismo de transferência de energia térmica dos refratários ocorre através das vibrações dos átomos, ou simplesmente fônons. Os fônons gerados pelas vibrações dos átomos surgem nas regiões mais quentes e se deslocam para regiões mais frias, transportando a energia térmica.

Nesse contexto, o número de defeitos presentes na rede cristalina (poros, microtrincas, discordâncias, impurezas, contornos de grãos...) atua para limitar o transporte de energia térmica e conseqüentemente diminuir a condutividade térmica das cerâmicas menos densas.

De outro modo, Guo (2013) descreve que a condutividade térmica de materiais compósitos depende da condutividade térmica dos componentes e da resistência térmica interfacial entre a fibra e a matriz. Onde a diminuição da condutividade térmica devido a adição de fibras é atribuída à resistência térmica interfacial entre a fibra e a matriz.

4.3 Ensaio Mecânicos

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

4.3.1 Resistência à Compressão

A Tabela 14 e a Figura 39 apresentam os resultados médios do limite de resistência à compressão e seus respectivos deslocamentos médios de pico.

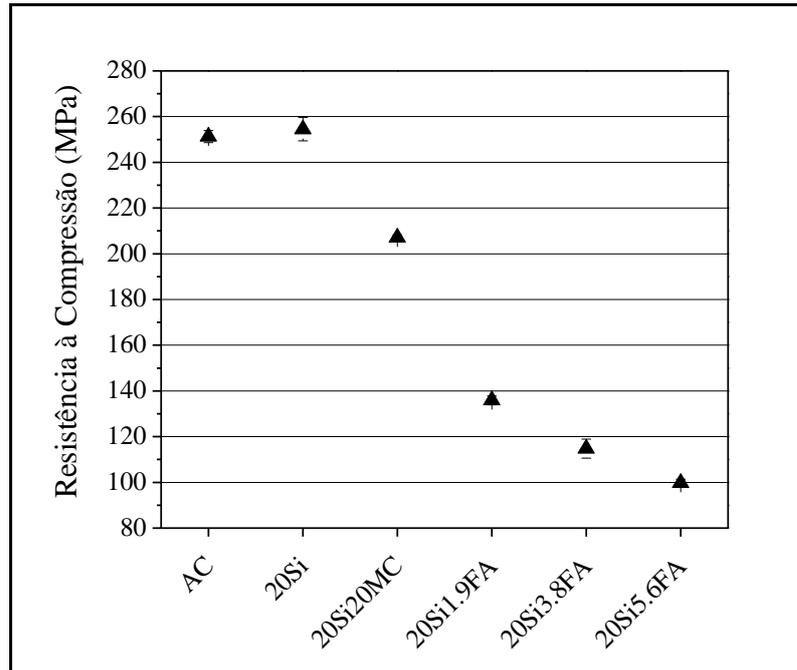
Tabela 14 - Média e coeficiente de variação do limite de resistência à compressão e os deslocamentos de pico

Cerâmicas	Resistência à compressão (MPa)	Coefficiente de variação (%)	Deslocamento de pico (mm)	Coefficiente de variação (%)
AC	251,23	2,63	1,52	4,45
20Si	254,47	5,10	1,39	1,06
20Si20MC	207,03	1,21	1,38	2,10
20Si1.9FA	135,87	1,90	1,08	1,29
20Si3.8FA	114,79	4,18	1,01	8,96
20Si5.6FA	99,78	1,62	1,48	1,62

Fonte: Próprio autor

Os coeficientes de variação para os parâmetros apresentados na Tabela 14 são bastante baixos (inferiores a 10%), o que aponta uma consistência nos procedimentos experimentais.

Figura 39 - Resultados médios do limite de resistência à compressão



Fonte: Próprio autor

A análise estatística dos resultados da Tabela 14 aponta que a adição de fibras de aço ocasionou uma redução progressiva da resistência à compressão em relação à cerâmica **20Si**.

A cerâmica de referência (**20Si**) exibiu um resultado ligeiramente superior (de 1,3%) à cerâmica somente com argila (**AC**). O deslocamento médio relativo à tensão de pico da cerâmica **AC** foi 9,3% superior à cerâmica de referência.

A cerâmica **20Si20MC** apresentou uma redução de 18,64% na resistência à compressão em relação à **20Si**. O deslocamento médio de pico da cerâmica **20Si20MC** apresentou o valor de 1,38 mm, muito próximo ao valor exibido por **20Si** (1,39 mm).

As cerâmicas com fibras de aço apresentaram uma diminuição sucessiva da resistência à compressão com a adição das fibras, atingindo uma redução de 64,1% para a cerâmica **20Si5.6FA** em relação à **20Si**. Contudo, o uso de fibras de aço resultou em um aumento progressivo da ductilidade.

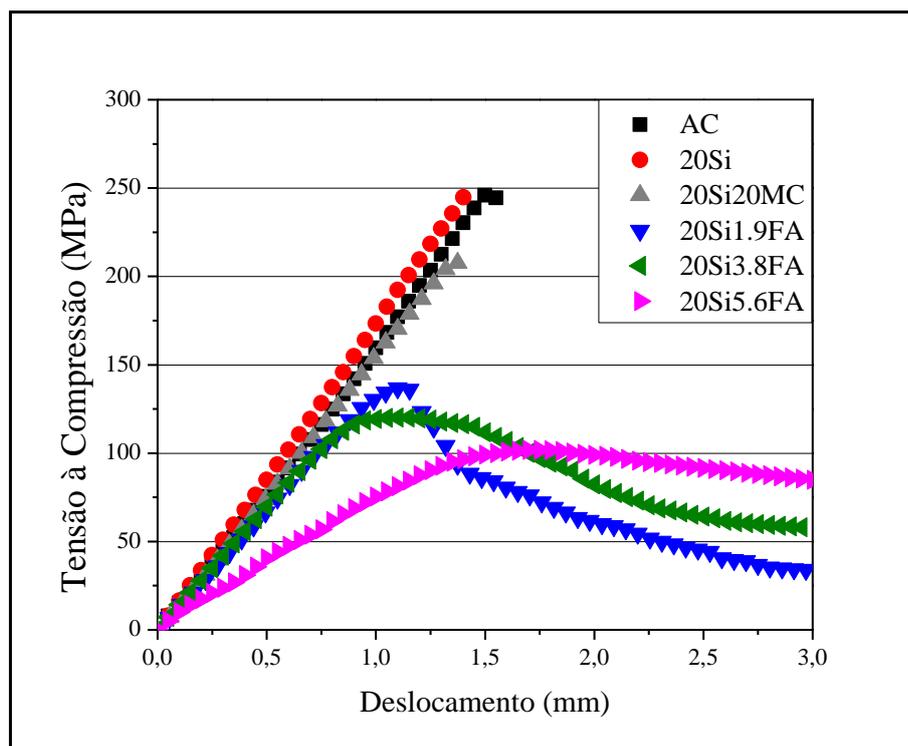
As cerâmicas **20Si1.9FA** e **20Si3.8FA** apresentaram reduções de 23,3% e 27,3%, respectivamente, nos deslocamentos médios de pico em relação à **20Si**, enquanto que a cerâmica **20Si5.6FA** exibiu um valor 6,5% superior.

Comparativamente aos resultados de Stochero (2015), verifica-se que os valores de resistência à compressão das cerâmicas com fibras de aço do presente trabalho são menores em decorrência da maior irregularidade que as fibras causaram na microestrutura dos materiais. Mas, por outro lado, o comportamento a compressão apresentou-se de forma mais dúctil. Tal

comportamento é decorrente do maior ancoramento das fibras de aço na matriz cerâmica em decorrência do formato e do maior comprimento das fibras.

A Figura 40 apresenta as curvas típicas de Tensão vs Deslocamento para as diferentes situações estudadas.

Figura 40 - Curvas típicas de compressão, Tensão vs Deslocamento



Fonte: Próprio autor

Analisando a Figura 40, pode-se afirmar que as cerâmicas sem fibras apresentam uma forma de ruptura totalmente frágil, característica de materiais cerâmicos. As cerâmicas com fibras de aço exibem um comportamento dúctil, porém, com tensão de ruptura inferior na primeira fissura.

A cerâmica **20Si** apresentou Módulo de Elasticidade Longitudinal (E) maior do que as demais amostras, pois a curva Tensão vs Deslocamento apresenta um ângulo entre a reta da parte elástica e o eixo das abscissas maior que os outros casos, caracterizando um material mais rígido, enquanto que as amostras com fibras de aço apresentaram os menores valores para E .

As cerâmicas **20Si1.9FA** e **20Si3.8FA** exibiram uma forma de ruptura quase dúctil, enquanto que a cerâmica **20Si5.6FA** apresentou um comportamento dúctil. Este comportamento indica que as fibras de aço atuaram após a primeira fissura da matriz produzindo tensões elevadas após a primeira fissura.

Na Figura 40 também é possível observar que a curva típica da cerâmica **20Si5.6FA** destoou das demais, apresentando um Módulo de Elasticidade Longitudinal relativamente menor (ângulo entre a parte elástica e o eixo das abcissas menor). Sugere-se que essa disparidade seja decorrente do efeito escala das amostras, uma vez que o volume de fibras de aço (5,6%) é elevado e ocasiona pequenos aglomerados que interferem diretamente no seu comportamento mecânico.

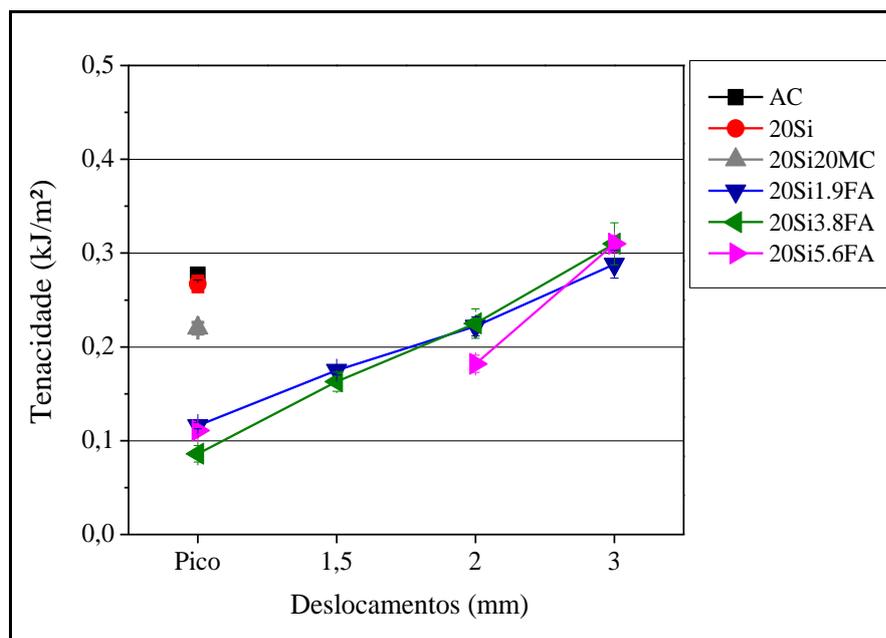
Mediante as curvas Tensão vs Deslocamento, foi possível analisar a tenacidade de pico (ruptura) e as tenacidades para os deslocamentos de 1,5 mm, 2,0 mm e 3,0 mm, conforme é apresentado na Tabela 15 e na Figura 41.

Tabela 15 - Resultados médios da tenacidade à compressão

Cerâmicas	Tenacidade de Pico (KJ/m ²)	Tenacidade de 1,5 mm (KJ/m ²)	Tenacidade de 2 mm (KJ/m ²)	Tenacidade de 3 mm (KJ/m ²)
AC	0,277±0,0056	-	-	-
20Si	0,267±0,0082	-	-	-
20Si20MC	0,220±0,0061	-	-	-
20Si1.9FA	0,116±0,0033	0,175±0,0049	0,222±0,0102	0,288±0,0148
20Si3.8FA	0,086±0,0088	0,163±0,0103	0,225±0,0157	0,310±0,0225
20Si5.6FA	0,111±0,0038	-	0,182±0,0093	0,310±0,0087

Fonte: Próprio autor

Figura 41 - Resultados médios de tenacidade para as diferentes cerâmicas



Fonte: Próprio autor

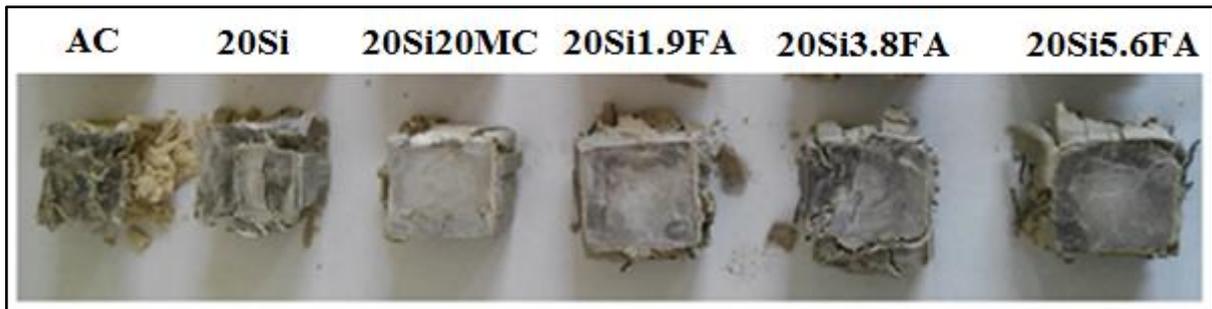
A análise estatística para a tenacidade à compressão mostra que houve maior tenacidade de pico para as cerâmicas sem fibras de aço e maior tenacidade de pós-pico para as cerâmicas **20Si3.8FA** e **20Si5.6FA**.

Relativamente às cerâmicas com fibras, percebe-se que a tenacidade de pico da cerâmica **20Si1.9FA** foi maior que as demais, uma vez que o material apresenta o limite de resistência à compressão maior e, por conseguinte, maior área sob a curva neste ponto.

Com relação à tenacidade para o deslocamento de 3 mm, percebe-se que as cerâmicas **20Si3.8FA** e **20Si5.6FA** apresentaram valores muito próximos. Esse resultado justifica-se porque, enquanto a cerâmica com 3,8% de fibras apresenta maior tenacidade de pico, a cerâmica com 5,6% de fibras apresenta maior tenacidade de pós-pico, levando a uma equivalência das áreas finais e, como consequência, aos mesmos valores de tenacidade.

O modo de fratura à compressão uniaxial dos corpos de prova de todas as cerâmicas é apresentado na Figura 42. Fica evidente a ocorrência de fratura frágil através da presença de trincas macroscópicas das cerâmicas sem fibras. Também é possível notar a influência das fibras de aço no que diz respeito à propagação das fissuras, uma vez que os corpos de prova com fibras de aço apresentaram fissuras menores e consequentemente são mais íntegros que os corpos de prova sem fibras.

Figura 42 - Corpos de prova após a ruptura à compressão



Fonte: Próprio autor

4.3.2 Resistência à Tração na Flexão em Três Pontos

A Tabela 16 e a Figura 43 apresentam os valores médios de resistência à tração na flexão em três pontos e os deslocamentos de pico para as diferentes cerâmicas estudadas.

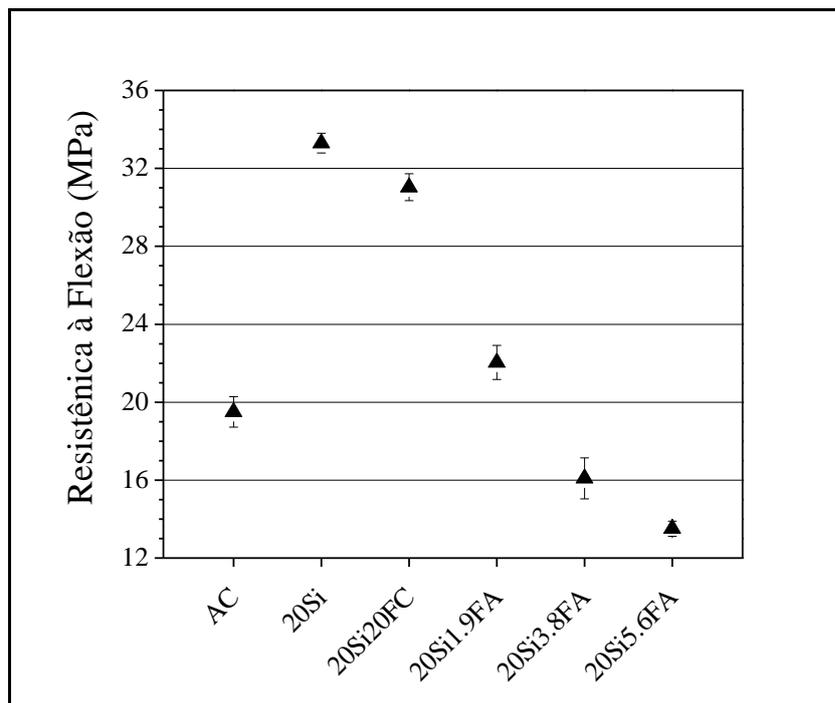
Tabela 16 - Média e coeficiente de variação da resistência à tração na flexão e os deslocamentos de pico

Cerâmicas	Resistência à flexão (MPa)	Coeficiente de variação (%)	Deslocamento de pico (mm)	Coeficiente de variação (%)
AC	19,50	4,03	0,248	3,63
20Si	33,30	1,50	0,385	1,29
20Si20MC	31,03	2,23	0,410	2,43
20Si1.9FA	21,87	3,96	0,323	5,8
20Si3.8FA	16,09	6,55	0,282	2,70
20Si5.6FA	13,51	2,91	0,281	4,24

Fonte: Próprio autor

Os coeficientes de variação para os parâmetros apresentados na Tabela 16 são bastante baixos (inferiores a 5%), o que aponta uma consistência nos procedimentos experimentais.

Figura 43 - Resistência à tração média na flexão em três pontos



Fonte: Próprio autor

O resultado da análise estatística da resistência à flexão mostra que todos os valores são estatisticamente diferentes. No entanto, as cerâmicas **20Si** e **20Si20MC** apresentam uma diferença de apenas 2,27 MPa, o que é um valor pequeno em termos de tensão.

É possível verificar que ocorreu um aumento de 70,7% da resistência à flexão e de 55,2% no deslocamento médio relativo à tensão de pico da cerâmica **20Si** em relação à cerâmica **AC**.

Em relação à cerâmica **20Si20MC**, verifica-se que ocorreu uma queda de 6,8% no valor de resistência à flexão, em relação à **20Si**. O deslocamento médio de pico da cerâmica **20Si20MC** foi 6,5% superior ao valor apresentado por **20Si**.

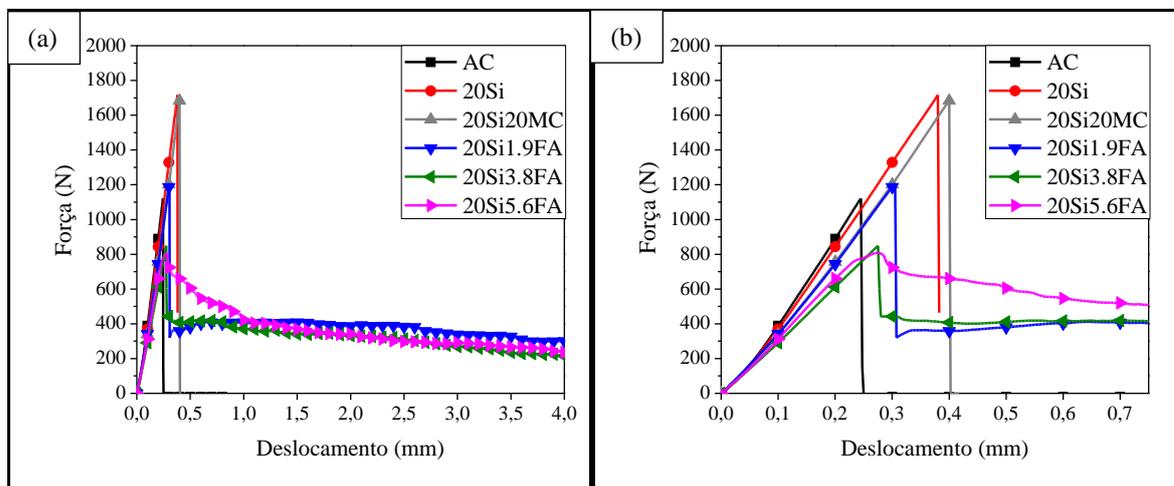
Relativamente às cerâmicas com fibras de aço, verifica-se que o valor de resistência à flexão é respectivamente 33,3%, 51,7% e 59,4% menor para as cerâmicas **20Si1.9FA**, **20Si3.8FA** e **20Si5.6FA** em relação à cerâmica **20Si**. Destaca-se, neste caso, que a cerâmica com 1,9% de fibra de aço possui resistência à flexão 63,2% superior em relação à cerâmica com 5,6% de fibra.

Quanto aos deslocamentos médios de pico, as cerâmicas **20Si1.9FA**, **20Si3.8FA** e **20Si5.6FA** apresentam valores 16,1%, 26,7% e 27,1% inferiores, respectivamente em relação à amostra **20Si**.

Apesar de as fibras promoverem uma redução significativa nas propriedades mecânicas das cerâmicas, os valores encontrados ainda permanecem dentro de uma faixa típica dos materiais refratários que é de 10 MPa a 40 MPa, segundo Cunha-Duncan e Bradt (2003). Baseado no exposto, as situações estudadas mostraram-se viáveis em termos de resistência mecânica para aplicações como refratário.

As curvas típicas de Carga vs Deslocamento das cerâmicas são apresentadas na Figura 44. Percebe-se que existem diferenças no comportamento pós-pico entre as cerâmicas sem e com fibras de aço, sendo as últimas mais dúcteis. Na Figura 44 (b) nota-se uma pequena diferença na inclinação das curvas e também nos deslocamentos de pico.

Figura 44 - Curvas típicas de flexão Carga vs Deslocamento: (a) visão geral e (b) aproximação



Fonte: Próprio autor

Através das curvas típicas do ensaio de flexão percebe-se que, em todas as cerâmicas, as fraturas ocorreram de forma frágil. A cerâmica **20Si** proporcionou uma deformação mais elevada em relação à **AC**, além de cargas mais elevadas na ruptura.

No que se refere às cerâmicas com fibras, verifica-se que **20Si1.9FA** obteve uma carga de ruptura na faixa de 1207 N, produzindo uma carga residual aproximada de 363 N, equivalente a 30% da carga de ruptura. A cerâmica **20Si3.8FA** produziu uma carga máxima de 933 N e posteriormente gerou uma carga residual aproximada de 583 N, equivalendo a 62,5% da carga máxima. Enquanto que a cerâmica **20Si5.6FA** alcançou uma carga de ruptura na faixa de 808 N seguindo por uma carga residual aproximada de 730 N, o que corresponde a 90% da carga máxima. Percebe-se, assim, que conforme se aumenta o volume de fibras de aço, maior é a tendência das cerâmicas em apresentar um comportamento dúctil.

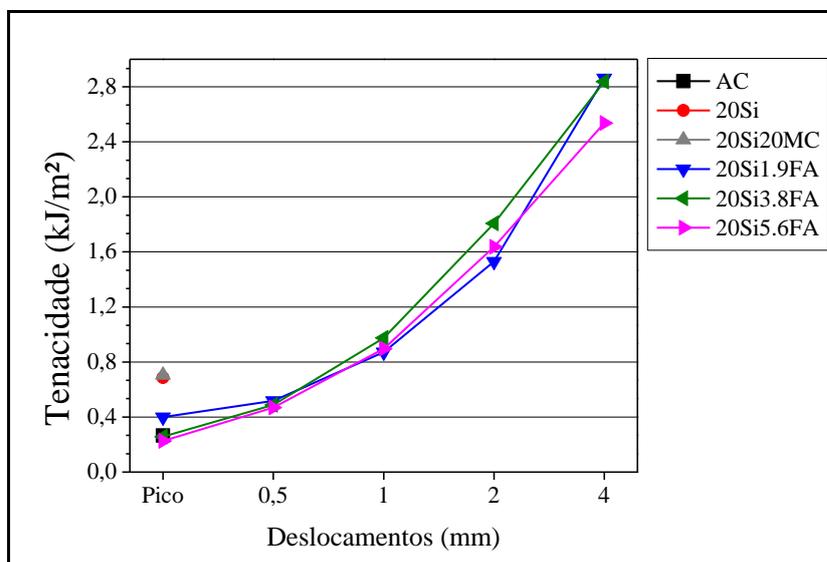
A Tabela 17 e a Figura 45 apresentam a tenacidade de pico (ruptura) e as tenacidades para os deslocamentos de 0,5 mm, 1,0 mm, 2,0 mm e 4,0 mm.

Tabela 17 - Resultados médios da tenacidade à flexão

Cerâmicas	Tenacidade de Pico (KJ/m ²)	Tenacidade de 0,5 mm (KJ/m ²)	Tenacidade de 1 mm (KJ/m ²)	Tenacidade de 2 mm (KJ/m ²)	Tenacidade de 4 mm (KJ/m ²)
AC	0,265±0,0129	-	-	-	-
20Si	0,687±0,0188	-	-	-	-
20Si20MC	0,705±0,0514	-	-	-	-
20Si1.9FA	0,400±0,0480	0,517±0,0190	0,871±0,0475	1,530±0,0388	2,863±0,2853
20Si3.8FA	0,257±0,0190	0,488±0,0582	0,976±0,1501	1,807±0,3179	2,837±0,4620
20Si5.6FA	0,226±0,0145	0,468±0,0641	0,896±0,1344	1,637±0,2191	2,536±0,3538

Fonte: Próprio autor

Figura 45 - Resultados médios de tenacidade para as diferentes cerâmicas



Fonte: Próprio autor

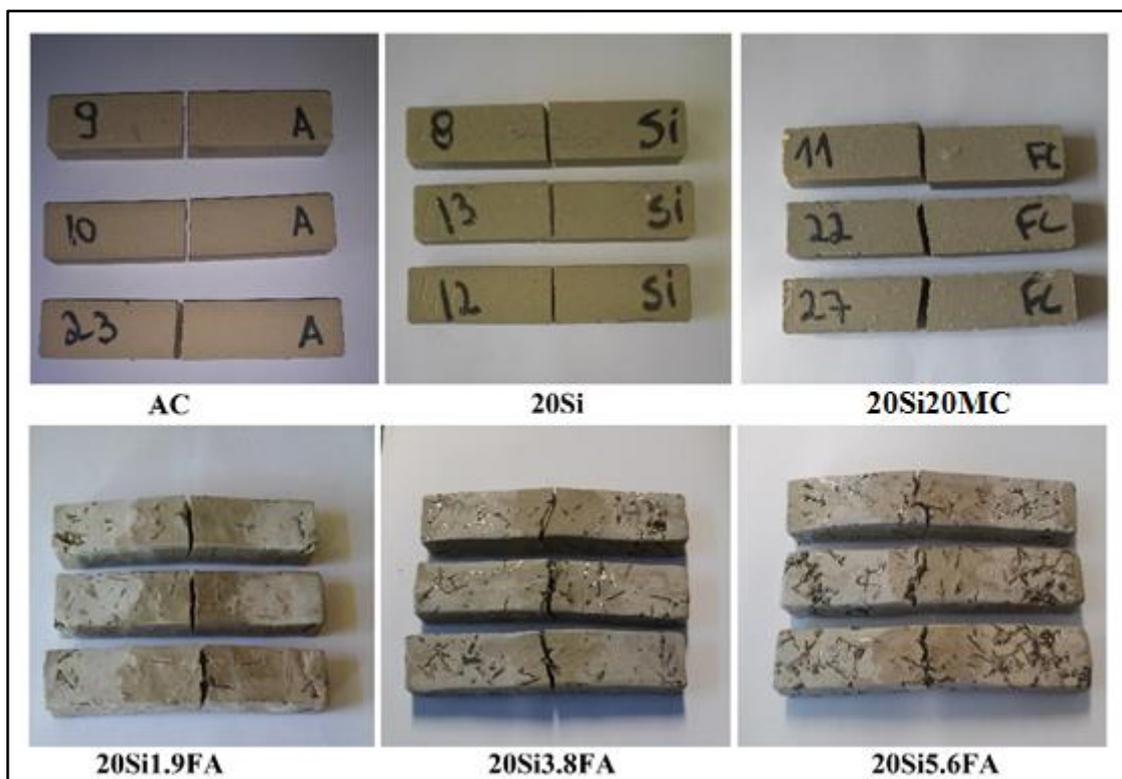
A análise estatística dos resultados de tenacidade mostra que houve diferença das cerâmicas com fibras de aço em relação à cerâmica **20Si**.

Verifica-se que as maiores tenacidades de pico foram das cerâmicas **20Si** e **20Si20MC**, como consequência de uma maior tensão e deslocamento de pico, que resultou em maior área sobre a curva.

Em relação às cerâmicas com fibras de aço, a tenacidade de pico foi diminuindo conforme se aumentou o volume de fibras. A tenacidade de pico mostra que a cerâmica com 1,9% de fibras apresentou o maior valor, resultante da maior tensão de pico apresentada. Entretanto, observando-se as curvas da Figura 44 (b), percebe-se que a cerâmica com 5,6% de fibras apresentou o comportamento mais dúctil em relação às demais, mesmo com menor tenacidade. Nos deslocamentos seguintes (1, 2 e 4 mm) é possível observar que a cerâmica **20Si3.8FA** apresentou os maiores valores de tenacidade.

A Figura 46 apresenta os modos de fratura das cerâmicas na flexão em três pontos. Consta-se que as fissuras ocorreram no terço central dos corpos de prova, onde o momento é máximo. As cerâmicas sem fibras apresentam uma forma de ruptura característica de materiais frágeis, enquanto que as cerâmicas com fibras não se partiram após o término do ensaio. Percebe-se, assim, que as fibras atuaram como pontes de transferência de tensões entre as fissuras, apresentando forte influência no controle da abertura de fissura e, conseqüentemente, aumentando a ductilidade dos corpos de prova.

Figura 46 - Modo de fratura no ensaio de tração na flexão em três pontos



Fonte: Próprio autor

Em relação à resistência mecânica, percebe-se que os melhores resultados foram encontrados pelas cerâmicas **20Si**. Sugere-se que este aumento de resistência mecânica seja devido à estrutura mais densa, em consequência de menor porosidade e imperfeições (conforme demonstrado nos resultados apresentados na Tabela 11), que proporciona menor propagação de fissuras quando solicitadas.

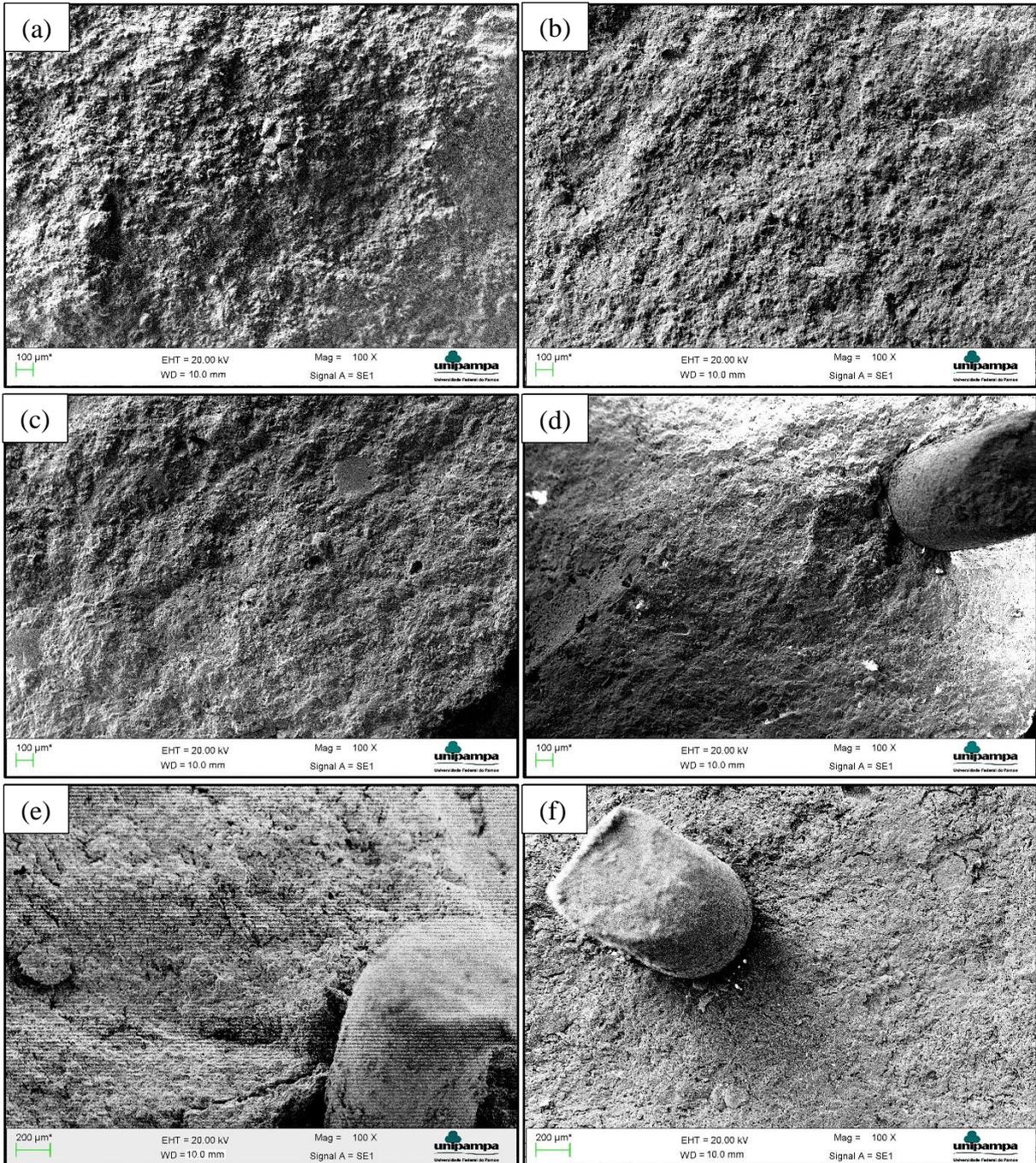
Em relação às cerâmicas com fibras de aço, os valores de resistência à compressão e flexão foram inferiores aos verificados nas cerâmicas sem fibras, sendo inversamente proporcionais ao aumento do percentual de fibras.

Ao adicionar um reforço em uma matriz, foram geradas pequenas descontinuidades nas regiões de ancoramento da fibra na matriz, formando-se pequenas tensões internas no material, causadas pela incompatibilidade de expansão térmica entre a matriz e o reforço ou, também, pela retração da massa cerâmica em relação às fibras, desta forma, prejudicando o desempenho mecânico do compósito. Esse mecanismo vem ao encontro da pesquisa de Botero et al. (2009), os quais descrevem que, ao submeterem os compósitos reforçados com fibras de aço a altas temperaturas (neste caso, a 1000° C), surgiram tensões e microfissuras na matriz causadas pelas fibras, provocando, por consequência, redução da resistência mecânica.

4.3.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

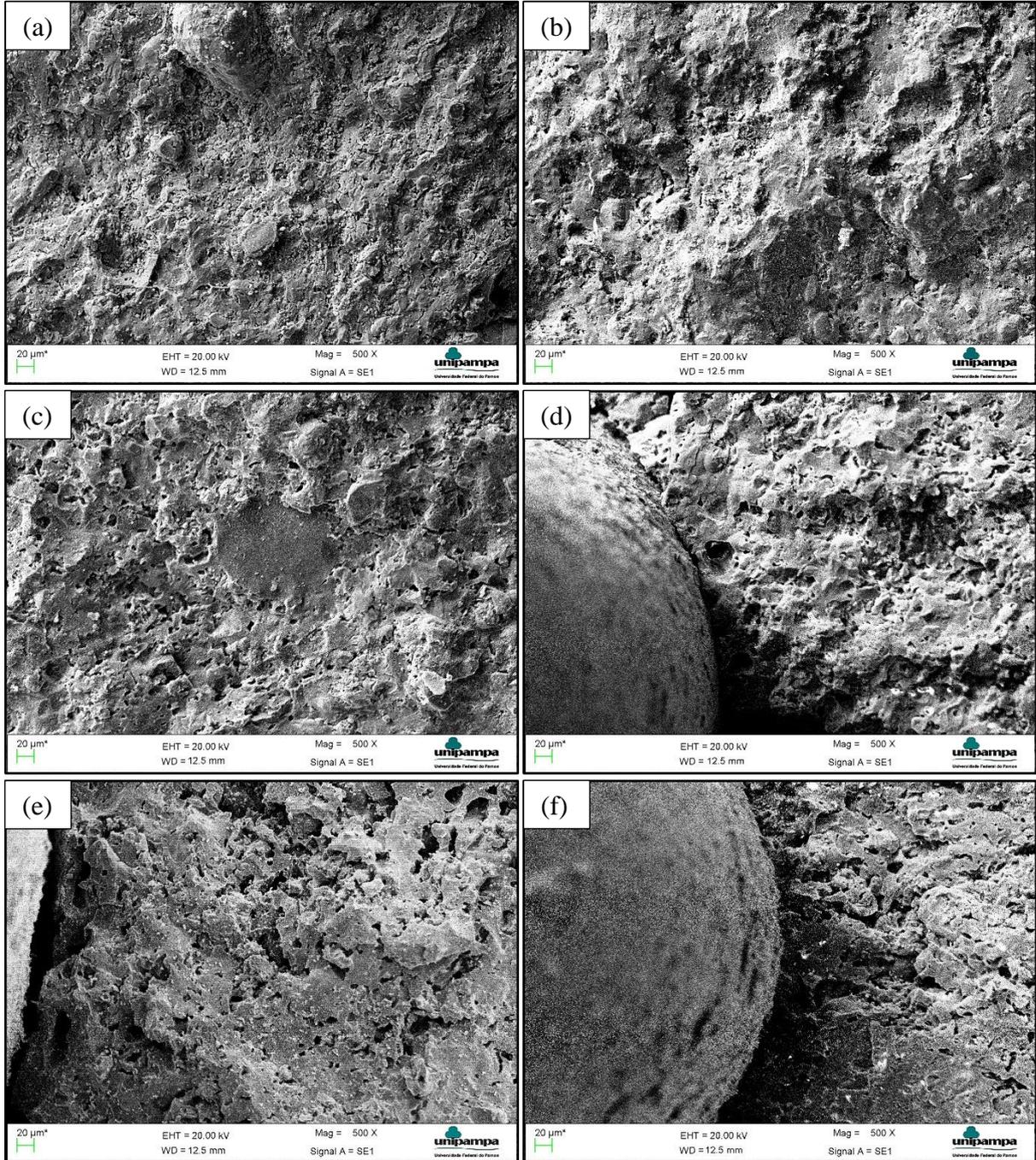
Da Figura 47 a Figura 49 apresentam-se as micrografias obtidas das superfícies de fratura após o ensaio de flexão em três pontos.

Figura 47 - Micrografias obtidas em MEV das superfícies de fratura dos corpos de prova com magnificação de 100 X: (a) AC, (b) 20Si, (c) 20Si20MC, (d) 20Si1.9FA, (e) 20Si3.8FA e (f) 20Si5.6FA



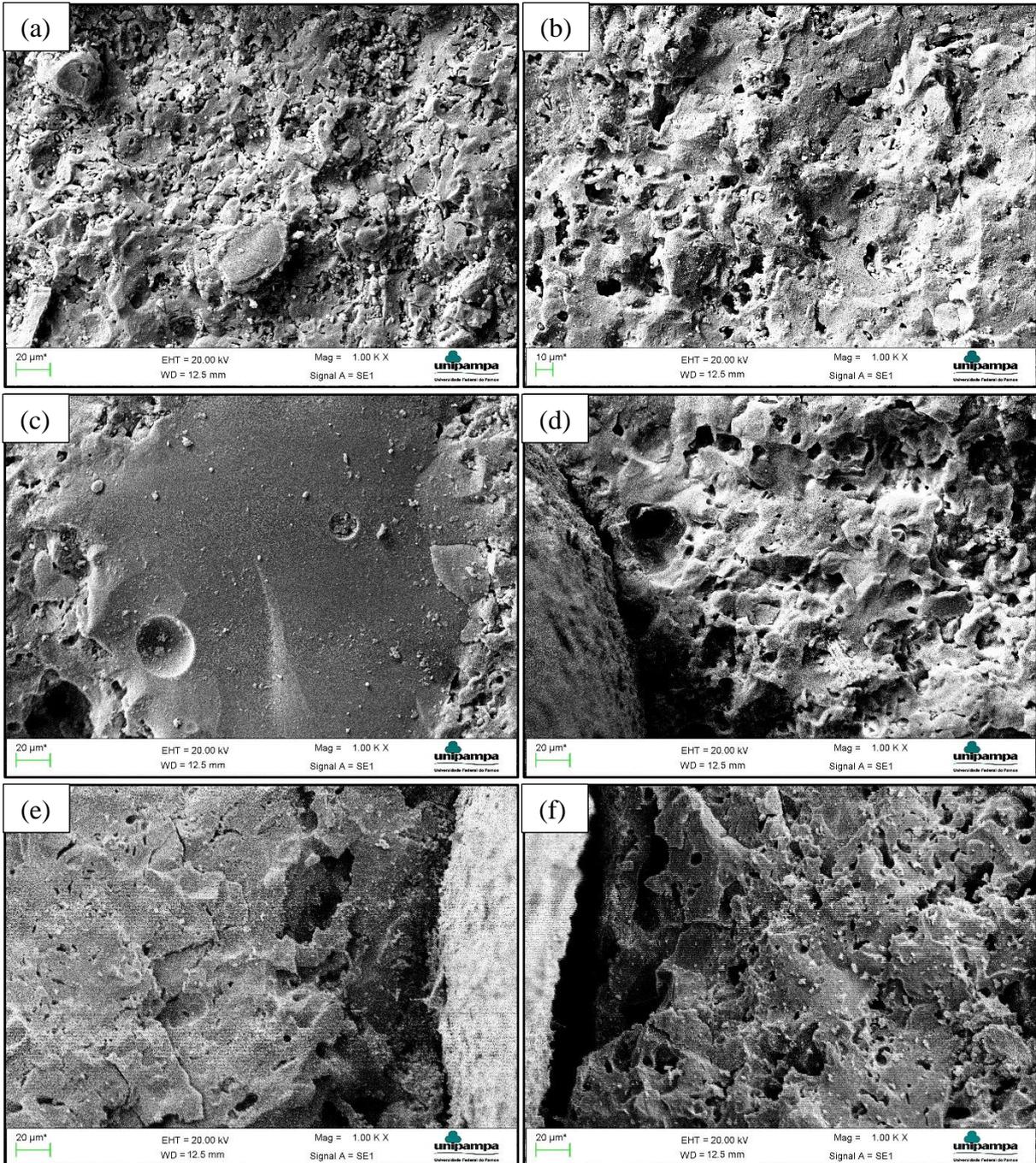
Fonte: Próprio autor

Figura 48 - Micrografias obtidas em MEV das superfícies de fratura dos corpos de prova com magnificação de 500 X: (a) AC, (b) 20Si, (c) 20Si20MC, (d) 20Si1.9FA, (e) 20Si3.8FA e (f) 20Si5.6FA



Fonte: Próprio autor

Figura 49 - Micrografias obtidas em MEV das superfícies de fratura dos corpos de prova com magnificação de 1000 X: (a) AC, (b) 20Si, (c) 20Si20MC, (d) 20Si1.9FA, (e) 20Si3.8FA e (f) 20Si5.6FA



Fonte: Próprio autor

Nas imagens com magnificação 100 X e 500 X, observa-se que a superfície de fratura da cerâmica **AC** apresenta uma textura relativamente lisa com alguns pontos com regiões não vitrificadas. Na cerâmica **20Si** predominou uma superfície de fratura menos rugosa e

constituída por maior parcela de fase vítrea. Esta característica está associada à composição da argila caulim, que apresenta menor teor de fundentes do que a mistura com SCA.

Relativamente à amostra da cerâmica **20Si20MC**, verifica-se que a superfície é muito similar à apresentada por **20Si**, com exceção de algumas regiões com fases lisas ao meio de porosidades. Sugere-se que sejam fragmentos das microfibras cerâmicas.

Com relação às imagens com magnificação de 1000 X, percebe-se que os diâmetros dos poros da cerâmica **20Si** são maiores em relação à cerâmica **AC**. Acredita-se que este fato seja decorrente da expansão dos gases que ocorrem em consequência do maior teor de fundentes presentes, que provocam a liberação de gases provenientes da decomposição de inclusões ricas em voláteis. A presença de menor porosidade aberta na cerâmica **20Si** dificulta a saída dos gases das regiões mais internas da peça durante o processo de sinterização, justificando a presença de bolhas de gás aprisionadas.

Com referência às cerâmicas com fibras de aço, percebe-se grande quantidade de porosidade no entorno das fibras, caracterizando regiões com bastante vazios. Acredita-se que essa porosidade criada no entorno das fibras seja causada pela diferença de expansão térmica entre a matriz e as fibras de aço. Esta situação justifica a menor resistência mecânica dessas cerâmicas quando comparadas com a cerâmica **20Si**.

4.4 Ensaio Térmico

4.4.1 Resultados de Resistência ao Choque Térmico

A Tabela 18 expressa os resultados observados após os ciclos de choque térmico aplicados aos corpos de prova. É importante lembrar que a RCT é obtida através da Equação (11) e quanto menor for esse valor, melhor é o desempenho do material frente aos choques térmicos.

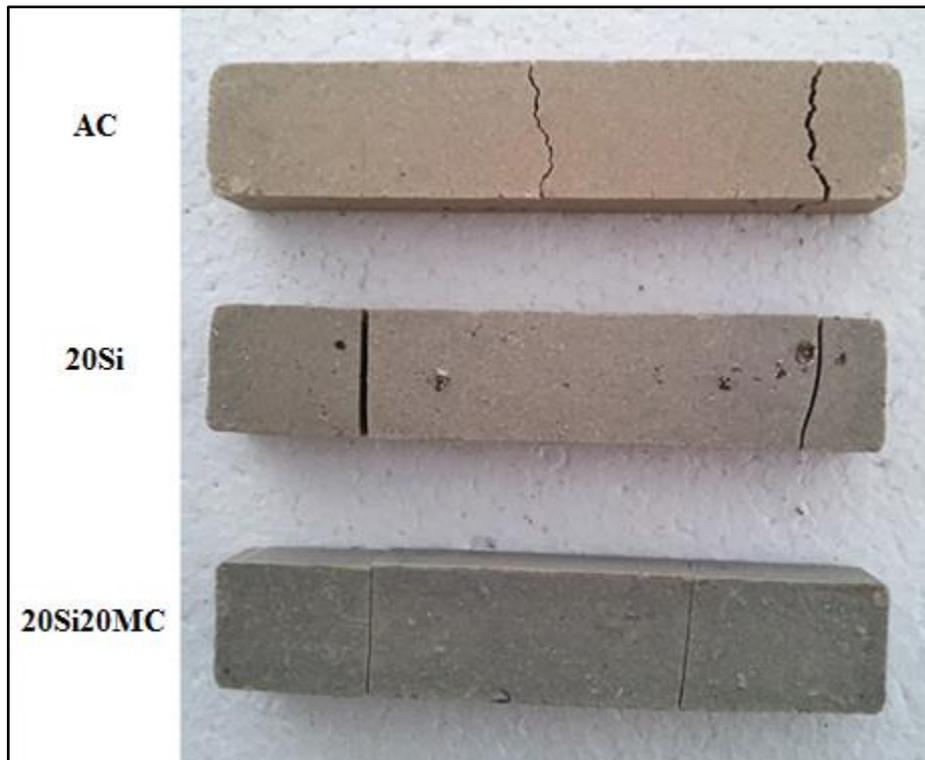
Tabela 18 - Resultados do ensaio de choque térmico

Cerâmicas	Nº do CP	Ciclo da primeira trinca	Ciclo da Fratura	Resistência média ao choque térmico (RCT)
AC	12	1	1	1
	17	1	1	
	18	1	1	
20Si	22	1	1	1
	31	1	1	
	32	1	1	
20Si20MC	10	1	1	1
	56	1	1	
	57	1	1	
20Si1.9FA	75	2	15	0,1276
	76	2	17	
	91	2	15	
20Si3.8FA	11	2	17	0,1632
	38	3	17	
	39	3	15	
20Si5.6FA	8	3	15	0,2093
	15	3	14	
	25	3	14	

Fonte: Próprio autor

As cerâmicas **AC**, **20Si** e **20Si20MC** apresentaram baixa resistência ao choque térmico, levando os corpos de prova à falha logo no primeiro ciclo. A aparência dos corpos de prova após o ensaio é apresentada na Figura 50.

Figura 50 - Casos típicos de fissuramento e fratura dos CPs sem fibras de aço



Fonte: Próprio autor

Através da análise da Figura 50, percebe-se que a cerâmica **AC** apresenta o aspecto da superfície de fratura na forma de zigue-zague. Essa forma de fratura resulta em maior energia total de fratura, pois exibe trincas cujas trajetórias são mais longas. Por outro lado, as cerâmicas **20Si** e **20Si20MC** apresentaram um modo de fratura mais linear, com superfície de fratura com aspecto relativamente plano. Resultados semelhantes também foram relatados em estudo anterior (SOBROSA et al., 2017).

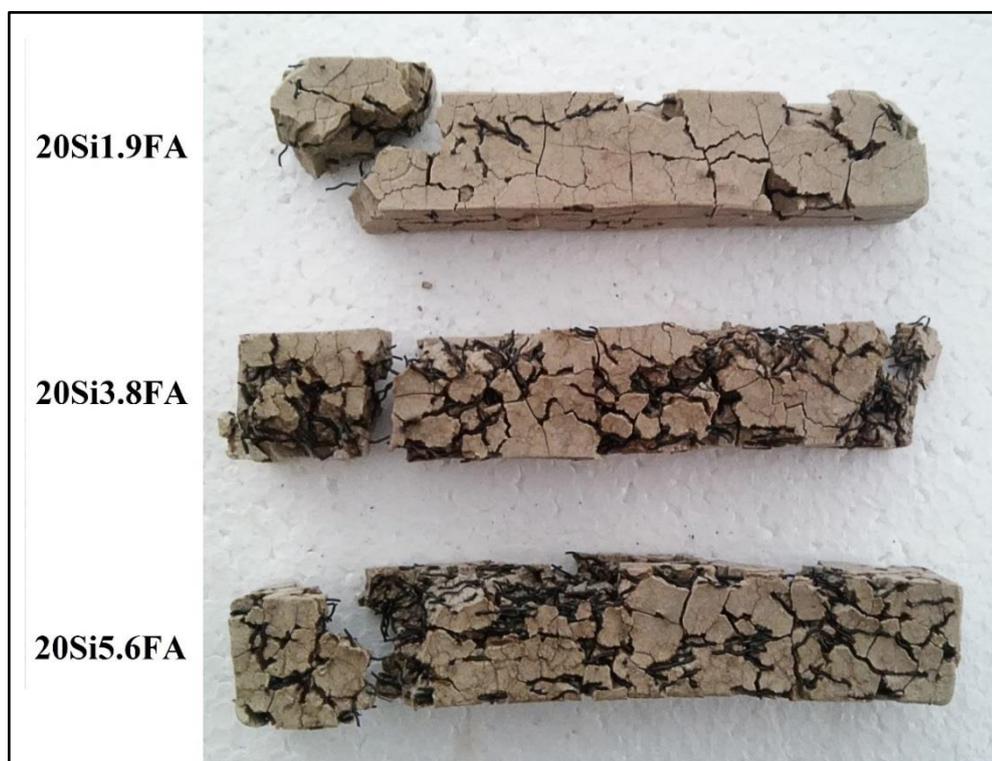
As diferentes fases de sílica (quartzo e cristobalita) presentes nas cerâmicas após a sinterização não apresentam o mesmo coeficiente de expansão térmica. Ao que parece, é a diferença de expansão térmica que causa a falha catastrófica dos corpos de prova logo no primeiro ciclo térmico, pois a transformação alotrópica do quartzo α (de baixa temperatura) para o quartzo β (de alta temperatura) ocorre em 573°C , e é acompanhado de uma alteração significativa de volume, resultando na falha imediata do material, conforme relatado por Dapiaggi et al. (2015).

Mesmo apresentando trincas nos primeiros ciclos térmicos, as cerâmicas com fibras (20Si1.9FA, 20Si3.8FA e 20Si5.6FA) resistiram em média a 15,7, 16,3 e 14,3 ciclos, respectivamente, até a falha. Esta ocorrência aponta que as fibras de aço tiveram um papel

importante no sentido de manter a integridade dos corpos de prova no decorrer dos ciclos. A aparência dos corpos de prova após o ensaio é apresentada na Figura 51.

Em comparação aos resultados de Stochero (2015), onde utilizou-se a mesma matriz cerâmica, porém, fibras de aço menores (comprimento e diâmetro), percebe-se que os valores de RCT do referido trabalho são maiores, ou seja, menos resistentes ao choque térmico, de acordo com a NBR 13202 (2015). Percebe-se que o maior comprimento das fibras de aço ocasionou um melhor desempenho frente ao choque térmico.

Figura 51 - Casos típicos de fissuramento e fratura dos CPs com fibras de aço



Fonte: Próprio autor

De acordo com a Figura 51, percebe-se que o dano dos corpos de prova é bastante alto e que as fibras atuaram com relativa eficiência para aumentar o número de ciclos do ensaio. Também é relevante destacar que a ruptura das amostras ocorreu nas extremidades dos corpos de prova, provavelmente como consequência de um maior gradiente térmico provocado pelo resfriamento mais acelerado nas extremidades. Os resultados de Bouchetou et al. (2005) também indicam o surgimento das fissuras no local onde o gradiente de temperatura é maior.

Durante os choques térmicos ocorre uma diminuição gradativa da resistência mecânica das peças testadas, devido a formação de trincas ou o crescimento de trincas pré-existentes, correspondente as tensões geradas pelas altas taxas de resfriamento. Esta consideração está de acordo com os resultados descritos por estudos de Zhu et al. (2013) e Kumar et al. (2014).

De maneira geral, as cerâmicas com fibras tiveram um desempenho satisfatório, levando em consideração que a severidade dos ciclos térmicos é alta, com diferença de temperatura aproximada de 1175° C.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo são apresentadas as principais conclusões extraídas desta pesquisa, obtidas a partir da análise dos ensaios físicos, mecânicos e térmico das cerâmicas com e sem reforço de fibras de aço. Também são apresentadas as sugestões para trabalhos futuros na área de interesse.

5.1 Conclusões

As fases cristalinas mulita, quartzo e cristobalita foram predominantes após a sinterização. A fase mulita é favorável às propriedades físicas e termomecânicas do material, ao mesmo tempo em que o quartzo e a cristobalita ocasionam maior fragilidade.

Após a sinterização a 1300° C, foi observado aumento da retração linear na cerâmica **20Si** em relação à cerâmica **AC**. A porosidade aparente aumenta com a adição de fibras de aço.

A cerâmica com SCA apresentou a maior resistência mecânica entre as amostras investigadas. Este comportamento está associado com a baixa porosidade.

Para as cerâmicas com fibras de aço, a maior resistência mecânica foi das cerâmicas **20Si1.9FA**, porém, inferior ao valor exibido pela cerâmica **20Si**.

A cerâmica com 5,6% de fibras de aço obteve o melhor desempenho em relação à ductilidade, devido ao maior grau de deformação até a ruptura.

Os resultados de condutividade térmica diminuíram de forma progressiva com o aumento do volume de fibras de aço.

As cerâmicas sem fibras de aço mostraram-se altamente frágeis em relação ao choque térmico. Enquanto que as cerâmicas com 1,9% e 3,8% de fibras apresentaram melhor desempenho frente a esta propriedade.

A cerâmica **20Si1.9FA** foi o material que teve o melhor desempenho em relação às melhores propriedades físicas, mecânicas e térmicas, pois apresentou um valor de condutividade térmica relativamente baixo, a maior resistência mecânica entre as cerâmicas com fibras de aço e um bom desempenho frente à resistência ao choque térmico.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Com base no que foi analisado e concluído neste trabalho, sugere-se para o futuro a realização dos seguintes estudos:

Utilizar outra argila refratária com elevado teor de alumina para que toda a sílica presente na mistura tenha a possibilidade de formar mulita.

Empregar outra rampa de sinterização, com tempo e temperatura diferentes, para avaliar a faixa de tempo e temperatura em que ocorre a transformação das fases cristalinas e definir a melhor em termos técnicos e econômicos.

Utilizar alumina calcina pura na proporção estequiométrica com a SCA para avaliar a formação da fase cristalina mulita e sinterizar em temperatura e tempo adequados para formação de tal fase, e, deste modo, atestar a reatividade da SCA produzida pelo Grupo Pilleco Nobre.

Estudar o efeito da granulometria das matérias-primas na formação de mulita.

Realizar estudos com agentes precursores de porosidade para aumentar essa propriedade e, com isso, diminuir a condutividade térmica do material.

Analisar diferentes geometrias de fibras para obter melhor aderência na matriz.

REFERÊNCIAS

ADAM, F et al. Silica-tin nanotubes prepared from rice husk ash by sol-gel method: Characterization and its photocatalytic activity. **Applied Surface Science**. v. 257, n. 3, p. 811–816, 2010.

AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras para a construção civil nos países em desenvolvimento: o uso de fibras vegetais**. 1991. 204 f. Tese de Doutorado. Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1991.

ALMEIDA, V. G. de O. **Caracterização Física e Mecânica a Altas Temperaturas de Concretos Refratários Reforçados com Fibras de Aço**. 2009. 133p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil - COOPE, Rio de Janeiro - RJ, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C518**: standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus. West Conshohocken, PA, 2015.

AMRANE, B et al. Experimental study of the thermo-mechanical behavior of alumina-silicate refractory materials based on a mixture of Algerian kaolinitic clays. **Ceramics International**. v. 37, n. 8, p. 3217–3227, 2011.

ANDREOLA, F; BARBIERI, L; BONDIOLI, F. Dyes and Pigments Agricultural waste in the synthesis of coral ceramic pigment. **Dyes and Pigments**, v. 94, n. 2, 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, n. 5, p. 5427–5435, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10059-2**: produtos refratários prensados densos: determinação da resistência à compressão a frio. Rio de Janeiro, 2014.

_____. **NBR 10237**: Materiais refratários: classificação. Rio de Janeiro, 2014.

_____. **NBR 13202**: Materiais refratários: determinação da resistência ao choque térmico com resfriamento em água. Rio de Janeiro, 2015.

_____. **NBR 7181**: Solo: análise granulométrica. Rio de Janeiro, 1984.

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

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

BACCOUR, H et al. Influence of firing temperature on the ceramic properties of Triassic clays from Tunisia. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, n. 6, p. 2812–2817, 2009.

BARBOSA, M. B. **Utilização de Resíduos de cinza de casca de arroz e borracha de pneus em concreto de alto desempenho**. 2006. 147p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual Paulista - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Ilha Solteira, SP, 2006.

BARROS, J. A. de A. **Estudo do Aproveitamento do Rejeito da Mineração de Esmeraldas na Produção de Refratários Conformados Isolantes**. 2013. 90p. Dissertação (Mestrado em Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Natal - RN, 2013.

BENTUR, A; MINDESS, S. **Fibre Reinforced Cementitious Composites**. 2^a ed. London and New York: Modern Concrete Technology Series, 625p, 2007.

BOCH, P; NIÈPCE, J-C. **Ceramic Materials: Processes, Properties and Applications**. 1^a ed. NewPort Beach, USA: ISTE USA, 573p, 2007.

BONDIOLI, F et al. Characterization of Rice Husk Ash and Its Recycling as Quartz Substitute for the Production of Ceramic Glazes. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 126, n. 25887, p. 121–126, 2010.

BOTERO, M. G et al. Evaluación del desempeño mecánico de arcilla roja reforzada con fibras de acero. **Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales**. v. 1, n. 2, p. 561–573, 2009.

BOUCHETOU, Marie-laure *et al.* Mullite grown from fired andalusite grains: the role of impurities and of the high temperature liquid phase on the kinetics of mullitization and consequences on thermal shocks resistance. **Ceramics International**, v. 31, n. 7, p. 999–1005, 2005.

BOURRET, J *et al.* Effect of the pore volume fraction on the thermal conductivity and mechanical properties of kaolin-based foams. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, n. 9, p. 1487–1495, 2013.

BRAGANÇA, S. R; BERGMANN, C. P. Microestrutura e propriedades de porcelanas. **Cerâmica**. v. 50, n. 316, p. 291–299, 2004.

CAILLEUX, E; CUTARD, T; BERNHART, G. Pullout of metallic fibers from a ceramic refractory matrix. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**. v. 33, p. 1461–1466, 2002.

CHALIORIS, C. E. Analytical approach for the evaluation of minimum fibre factor required for steel fibrous concrete beams under combined shear and flexure. **Construction and Building Materials**. v. 43, p. 317–336, 2013.

CHANDRASEKHAR, S; PRAMADA, P. N; MAJEED, J. Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash. **Journal of Materials Science**. v. 41, n. 23, p. 7926–7933, 2006.

CONAB, Campanha Nacional de Abastecimento. **Décimo segundo levantamento da safra 2015/2016**. 2016. Acesso em setembro de 2016. Disponível em: <www.conab.com.br>.

COTTA, L. S; RODRIGUES, C. G. Avaliação de revestimento refratário no processo siderúrgico. **e – xacta**. v. 7, n. 1, p. 185–203, 2014.

CUNHA-DUNCAN, F. N; BRADT, R. C. Fratura de refratários. **Cerâmica**, v. 49, n. 312, p. 199–215, 2003.

CUSTÓDIO, A *et al.* Estudo da Compactação de Massas para Cerâmica Vermelha. **1º Simpósio de Integração Científica e Tecnológica do Sul Catarinense – SICT-Sul**. v. 3, n. 1, p. 37–42, 2012.

DAPIAGGI, M *et al.* The formation of silica high temperature polymorphs from quartz: Influence of grain size and mineralising agents. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 35, n. 16, p. 4547–4555, 2015.

DELLA, V. P; KÜHN, I; HOTZA, D. Caracterização de Cinza de Casca de Arroz para uso como Matéria-Prima na Fabricação de Refratários de Sílica. **Química Nova**, v. 24, n. 6, p. 778–782, 2001.

DEMIR, I. Effect of organic residues addition on the technological properties of clay bricks. **Waste Management**, v. 28, p. 622–627, 2008.

DUARTE, A. K. **Encapsulamento Cerâmico de Resíduos de Materiais Refratários**. 2005. 244 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais - Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Belo Horizonte - MG, 2005.

ELICHE-QUESADA, D *et al.* Characterization and evaluation of rice husk ash and wood ash in sustainable clay matrix bricks. **Ceramics International**, v. 43, n. 1, p. 463–475, 2017.

FAROOQUE, K. N *et al.* Characterization and Utilization of Rice Husk Ash (RHA) from Rice Mill of Bangladesh. **Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research**, v. 44, n. 2, p. 157–162, 2009.

FIGUEIREDO, A. D. De. **Concreto reforçado com fibras**. 2011. 247 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – Departamento de Engenharia de Construção Civil, São Paulo - SP, 2011.

FOLETTTO, E. L *et al.* Aplicabilidade das cinzas da casca de arroz. **Química Nova**, v. 28, n. 6, p. 1055–1060, 2005.

GARCEZ, E. O. **Análise Teórico-Experimental do Comportamento de Concretos Reforçados com Fibras de Aço Submetidos a Cargas de Impactos**. 2005. 113 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Porto Alegre- RS, 2005.

GONÇALVES, M. R. F; BERGMANN, C. P. Thermal insulators made with rice husk ashes: Production and correlation between properties and microstructure. **Construction and Building Materials**, v. 21, n. 12, p. 2059–2065, 2007.

GUO, Shuqi. Thermal and electrical properties of hot-pressed short pitch-based carbon fiber-reinforced ZrB₂ – SiC matrix composites. **Ceramics International**, v. 39, n. 5, p. 5733–5740, 2013.

HE, Jian *et al.* Synthesis and characterization of red mud and rice husk ash-based geopolymer composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 37, p. 108–118, 2013.

HILLIG, W. B et al. Analysis and model of the crack bridging mechanisms in a ductile fiber reinforced ceramic matrix composite. **Journal of Materials Science**. v. 36, n. 7, p. 1653–1663, 2001.

HOPPE, A. E. **Carbonatação em concreto com cinza de casca de arroz sem moagem**. 2008. 147 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Maria - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Santa Maria - RS, 2008.

HOSSAIN, S. K. S *et al.* Preparation of forsterite refractory using highly abundant amorphous rice husk silica for thermal insulation. **Journal of Asian Ceramic Societies**, in press, p. 1–6, 2017.

IBAR, Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários. **Catálogo de Produtos Refratários**. 2015. Acesso em outubro de 2016. Disponível em: <www.ibar.com.br>.

I-KHO, V; VEN-NEN, L. Corrosion-Resistant Steel Fiber Produced by the Melt-Extraction Method and its Use in Refractories. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 34, n. 9, p. 26–28, 1992.

IQBAL, S et al. Strengthening of RC beams using steel fiber reinforced high strength lightweight self-compacting concrete (SHLSCC) and their strength predictions. **Materials and Design**, v. 100, p. 37–46, 2016.

IRGA, Instituto Rio Grandense do Arroz. **Produtividade Municipais, Safra 2015/2016**. 2016. Acesso em setembro de 2016. Disponível em: <www.irga.rs.gov.br>.

IZADPANA, M. R; DEZFOLI, A. R. A. Prediction of the thermal shock resistance of refractory materials using R-values. **Materials Science-Poland**, v. 27, n. 1, p. 131–140, 2009.

KALAPATHY, U; PROCTOR, A; SHULTZ, J. L. Silicate Thermal Insulation Material from Rice Hull Ash. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 42, n. 1, p. 46–49, 2003.

KAZMI, S. M. S et al. Manufacturing of sustainable clay bricks: Utilization of waste sugarcane bagasse and rice husk ashes. **Construction and Building Materials**, v. 120, p. 29–41, 2016.

KLEEBE, H. J et al. Conversion of Al₂O₃-SiO₂ powder mixtures to 3:2 mullite following the stable or metastable phase diagram. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 21, n. 14, p. 2521–2533, 2001.

KOLLI, M *et al.* Elaboration and characterization of a refractory based on Algerian kaolin. **Ceramics International**, v. 33, p. 1435–1443, 2007.

KUMAR, P. H *et al.* Implementation of industrial waste ferrochrome slag in conventional and low cement castables: Effect of microsilica addition. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 2, n. 4, p. 169–175, 2014.

LI, Cuiwei *et al.* Mullite whisker reinforced porous anorthite ceramics with low thermal conductivity and high strength. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 36, n. 3, p. 761–765, 2016.

MAGLIANO, M. V. M; PANDOLFELLI, V. C. Multitização em refratários utilizando diferentes fontes precursoras: revisão. **Cerâmica**, v. 56, n. 340, p. 368–375, 2010.

MARANGON, E. **Caracterização Material e Estrutural de concretos autoadensáveis reforçados com fibras de aço**. 2011. 309 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil (COPPE). Rio de Janeiro. 2011.

MEDDAH, A; BELAGRAA, L; BEDDAR, M. Effect of the Fibre Geometry on the Flexural Properties of Reinforced Steel Fiber Refractory Concrete. **Procedia Engineering**, v. 108, p. 185–192, 2015.

MEDEIROS, S. G *et al.* A. Preparação de compósitos alumina-mulita de baixo custo via sinterização reativa entre uma argila caulínica da Paraíba e hidróxido de alumínio. **Cerâmica**, v. 62, n. 363, p. 266–271, 2016.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 2º Ed. São Paulo. Editora Ibracon, 2008.

MENEZES, R. R *et al.* Obtenção de mulita porosa a partir da sílica da casca de arroz e do acetato de alumínio. **Cerâmica**, v. 54, n. 330, p. 245–252, 2008.

MIGLIORINI, A. V. **Estudo de Fibras de Aço em Blocos de Concreto para a Possível Utilização em Carapaça de Molhes**. 2011. 200 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Oceânica) - Universidade Federal do Rio Grande - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Oceânica, Rio Grande -RS, 2011.

MILOUD, B. The influence of fibre content on the performance of steel fibre refractory concrete. **Journal of Civil Engineering Research and Practice**, v. 1, n. 1, 2004.

MME – Ministério de Minas e Energia. **Plano Nacional de Mineração 2030 (PNM – 2030)**. 2011.

MME - Ministério de Minas e Energia. **Relatório Técnico 71 (Refratários)**. 2009.

MONTEIRO, R R; SABIONI, A. C. S. Preparation of mullite whiskers derived from topaz doped with rare earth oxides for applications in composite materials. **Ceramics International**, v. 42, n. 1, p. 49–55, 2016.

MURAMATSU, H et al. Rice husk-derived graphene with nano-sized domains and clean edges. **Small (Weinheim an der Bergstrasse, Germany)**, v. 10, n. 14, p. 2766–2770, 2014.

NAVARRO, L. C. R et al. Microwave Sintering of Mullite-Al₂O₃ from Kaolin Precursor 2. Experimental Procedure. **Materials Research**, v. 17, n. 6, p. 1575–1580, 2014.

NUNES, A. da S. **Análise experimental do comportamento de materiais cerâmicos refratários reforçados com fibras de aço e sílica da casca do arroz**. 2014. 113 p. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Pampa - UNIPAMPA, Alegrete- RS, 2014.

NUNES, L. N.; AGOPYAN, V. **A influência do fator de forma da fibra na tenacidade à flexão do concreto reforçado com fibras de aço**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo. Boletim Técnico, 1998.

NUTEC IBAR. **Especificações Técnicas**. Disponível em: <http://www.nutecibar.com.br/flocos_de_fibra_ceramica.shtml>. Acesso em: 19/06/2016.

ONOJAH, A D; AGBENDEH, N A; MBAKAAN, C. Rice husk ash refractory: the temperature dependent crystalline phase aspects. **International Journal of Research and Reviews in Applied Sciences**, v. 15, n. 2, p. 246–248, 2013.

PASA, V. F. **Análise do Comportamento de Estruturas de Concreto Reforçado com Fibras de Aço via Método dos Elementos Finitos**. 2007. 130 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Porto Alegre- RS, 2007.

PEMBERTON, S. R et al. The fracture energy of metal fibre reinforced ceramic composites (MFCs). **Composites Science and Technology**, v. 71, n. 3, p. 266–275, 2011.

PERET, C M; PANDOLFELLI, V C. Fibras metálicas e sua influência no comportamento mecânico de concretos refratários durante a secagem. **Cerâmica**, v. 51, p. 1–7, 2005.

PODE, R. Potential applications of rice husk ash waste from rice husk biomass power plant. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 53, p. 1468–1485, 2016.

POUEY, M. T. F. **Beneficiamento da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico**. 2006. 345 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

PRADO, U. S. Do; BRESSIANI, J. C. Panorama Da Indústria Brasileira Na Última Década. **Cerâmica Industrial**, v. 18, p. 7–11, 2013.

REZENDE, A.C.M., MEDEIROS, C.W. Técnicas de Aplicação de Fibras Cerâmicas – Uma Ferramenta para Economia de Combustível nos Fornos Industriais. **Cerâmica**, v. 29, n. 158, p. 37 - 42. 1983.

SADIK, C; EL AMRANI, Iz-E; ALBIZANE, A. Effect of andalusite rich schist grain size and the addition of metallic aluminum powder on the properties of silica–alumina refractory. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 1, n. 4, p. 351–355, 2013.

SADIK, C; EL AMRANI, Iz-E; ALBIZANE, A. Recent advances in silica-alumina refractory: A review. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 2, n. 2, p. 83–96, 2014.

SAHNOUNE, F *et al.* Algerian kaolinite used for mullite formation. **Applied Clay Science**, v. 38, n. 3–4, p. 304–310, 2008.

SALIH, A. A; MOHAMMED, H. A. Effect of Steel Fibers on the Properties of Refractory Free Cement Concrete. **Journal of Engineering**, v. 18, n. 10, p. 1151–1168, 2012.

SANTASNACHOK, C *et al.* Synthesis of Na-A and Na-X zeolites by using rice husk ash from biomass power plant. **Journal of Advanced Agricultural Technologies** v. 1, n. 2, p. 75–81, 2014.

SANTOS, W. N. Dos. Métodos transientes de troca de calor na determinação das propriedades térmicas de materiais cerâmicos: II - o método do fio quente. **Cerâmica**, v. 51, n. 320, p. 371–380, 2005.

SCHNEIDER, H; SCHREUER, J; HILDMANN, B. Structure and properties of mullite — A review. **Journal of European Ceramic Society**, v. 28, p. 329–344, 2008.

SEMBIRING, S; SIMANJUNTAK, W. X-ray Diffraction Phase Analyses of Mullite Derived from Rice Husk Silica. **Makara Journal of Science**, v. 16/2, p. 77–82, 2012.

SEMBIRING, S et al. Preparation of refractory cordierite using amorphous rice husk silica for thermal insulation purposes. **Ceramics International**, v. 42, n. 7, p. 8431–8437, 2016.

SERRA, M. F et al. Mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) ceramics obtained by reaction sintering of rice husk ash and alumina, phase evolution, sintering and microstructure. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 4, n. 1, p. 61–67, 2016.

SIMANJUNTAK, W et al. Characteristics of aluminosilicates prepared from rice husk silica and aluminum metal. **Ceramics International**, v. 39, n. 8, p. 9369–9375, 2013.

SOARES, A. B et al. Emprego de catalisadores heterogêneos de CaO e SnO₂ suportados em cinza de casca de arroz na obtenção de biodiesel. **Química Nova**, v. 35, n. 2, p. 268–273, 2012.

SOBROSA, F Z *et al.* Development of refractory ceramics from residual silica derived from rice. **Ceramics International**, v. 43, n. 9, 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. 130 p. Dissertação (Mestrado em Engenharias) - Universidade Federal do Pampa - Programa de Pós-graduação em Engenharias - PPEng, Alegrete- RS, 2014.

SOLTANI, N; BAHRAMI, A; PECH-CANUL, M. I; GONZÁLEZ, L. A. Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials. **Chemical Engineering Journal**, v. 264, p. 899–935, 2015.

SOUSA, S. J. G. **Desenvolvimento de Massas Cerâmicas Processadas por Via Seca com Matérias-Primas do Norte Fluminense Visando Aplicação em Revestimento Poroso**. 2008. 129 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense - Centro de Ciência e Tecnologia, Campos dos Goytacazes - RJ, 2008.

STOCHERO, N. P. **Desenvolvimento de Cerâmica Refratária com Fibras de Aço e Sílica Residual Proveniente da Queima da Casca de Arroz**. 2015. 129 p. Dissertação (Mestrado em Engenharias) - Universidade Federal do Pampa - Programa de Pós-graduação em Engenharia - PPEng, Alegrete- RS, 2015.

SUWAK, R; WOJSA, J; PODWO, J. Thermal shock resistance of magnesia – chrome refractories — experimental and critical evaluation. **Ceramics International**, v. 39, p. 1–12, 2013.

TIWARI, N; PARIHAR, A. S; TRIPATHI, D. N. Measurements and Analysis of Thermal Conductivity of Insulating Material. **International Journal of Mechanical Engineering and Research**, v. 3, n. 5, p. 457–466, 2013.

TOLEDO FILHO, R. D et al. Physical and mechanical properties of refractory concrete reinforced with wollastonite and steel fibers after exposure to high temperatures. In: 5th International conference on concrete under severe conditions environment and loading, 2007, Tours – França. **Anais...** Tours, p. 1641-1648, 2007.

UGHEOKE, B I; MAMAT, O; ARI-WAHJOEDI, B. Optimization of production process parameters of rice husk silica (RHS) refractories. **Journal of the Australian Society**, v. 49, p. 92–100, 2013.

UNIFRAX. **Especificações Técnicas**. Disponível em: < <http://www.unifrax.com.br/fibra-ceramica.asp>>. Acesso em: 19/06/2016.

VEKINIS, G; SOFIANOPOULOS, E; TOMLINSON, W. J. Alumina Toughened with Short Nickel Fibres. **Acta Materialia**, v. 45, n. 11, p. 4651–4661, 1997.

VISHWAKARMA, V et al. Studies of rice husk ash nanoparticles on the mechanical and microstructural properties of the concrete. **Materials Today: Proceedings**, v. 3, n. 6, p. 1999–2007, 2016.

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.

ZHU, Boquan *et al.* Effect of ceramic bonding phases on the thermo-mechanical properties of Al₂O₃ – C refractories. **Ceramics International**, v. 39, n. 6, p. 6069–6076, 2013.

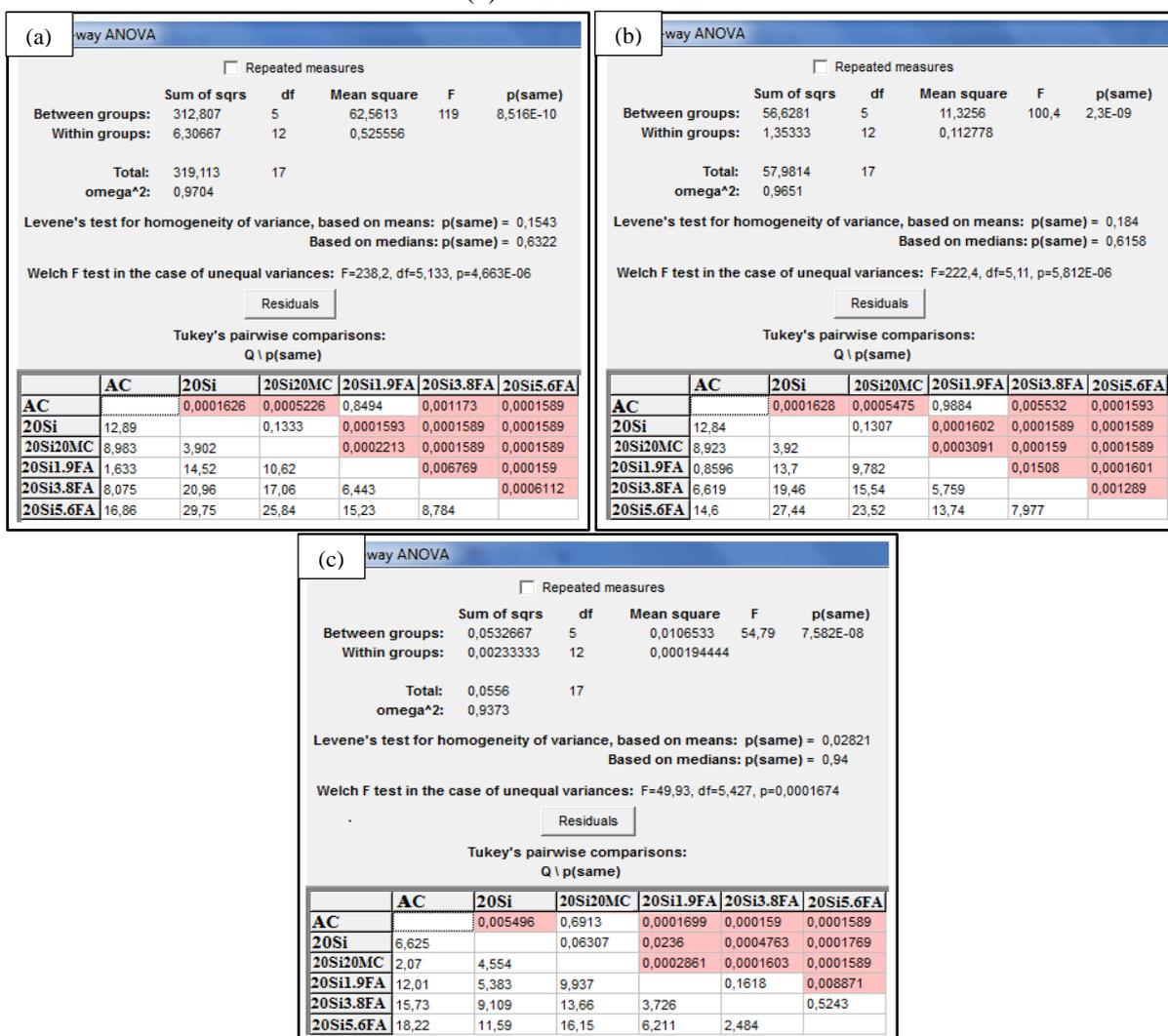
APÊNDICE I – Análises estatísticas dos ensaios

Para a análise estatística foi utilizado o *software* PAST. O PAST é um *software* livre de análise de dados científicos, com função para manipulação de dados, plotagem, estatísticas univariada e bivariada, entre outras.

Para realizar a análise estatística foi utilizada a função estatística de análise de variância de um fator (ANOVA – One Way) seguida pelo teste Tukey, que é um teste de comparação de médias. A ANOVA e o teste Tukey foram realizados com nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$).

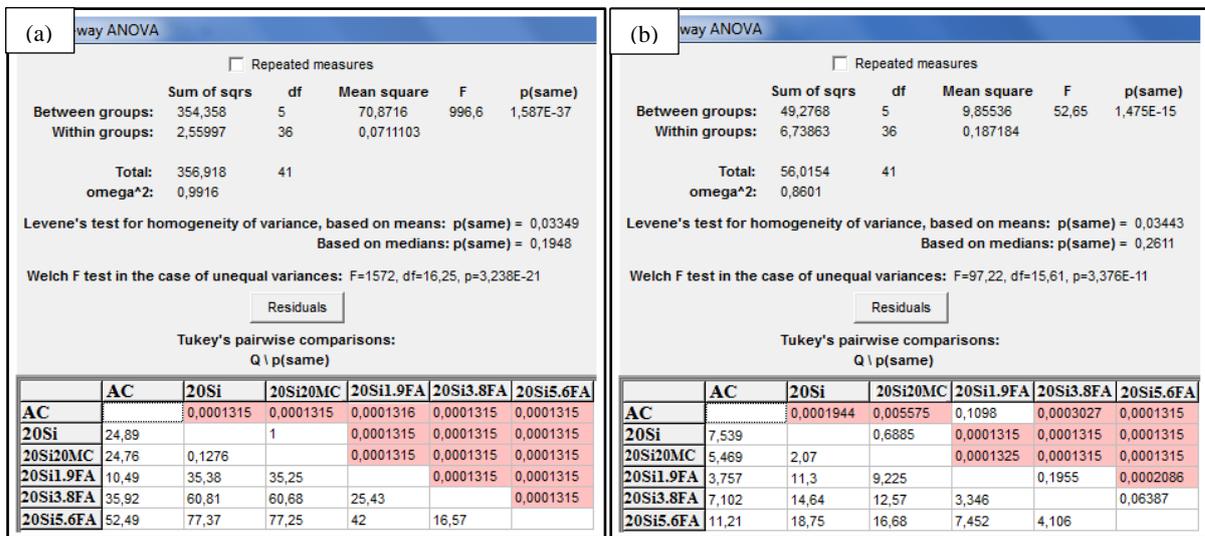
O PAST faz a ANOVA seguida pelo teste Tukey, e apresenta como resultado a comparação “par a par” entre todas as misturas. Os valores que aparecerem na cor salmão são os valores que diferem entre si.

Figura 52 - Análise estatística dos resultados de: (a) porosidade aparente, (b) absorção de água e (c) densidade de massa



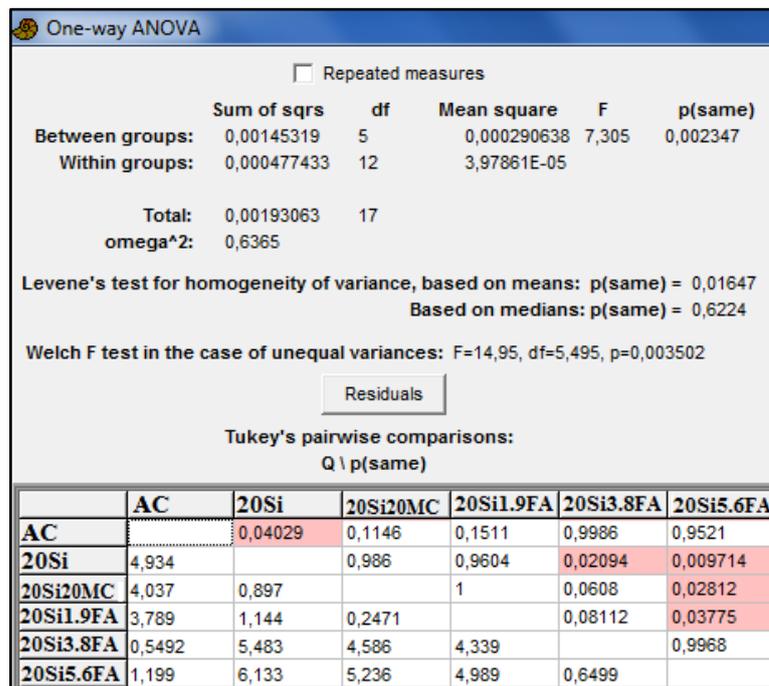
Fonte: Próprio autor

Figura 53 - Análise estatística dos resultados de: (a) retração linear de queima e (b) variação de massa



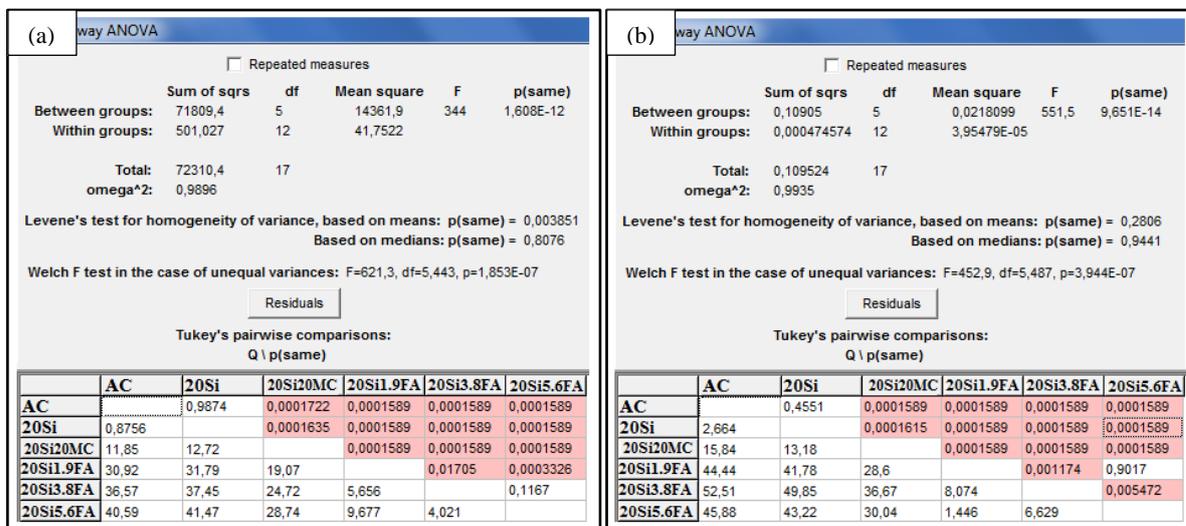
Fonte: Próprio autor

Figura 54 - Análise estatística dos resultados de condutividade térmica



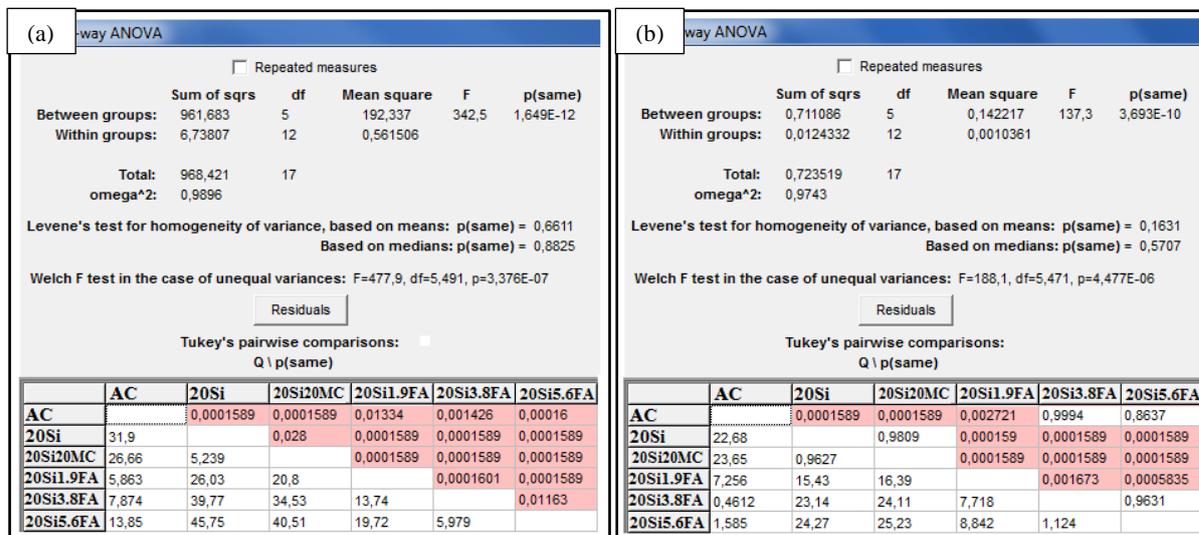
Fonte: Próprio autor

Figura 55 - Análise estatística dos resultados de: (a) resistência à compressão e (b) tenacidade à compressão



Fonte: Próprio autor

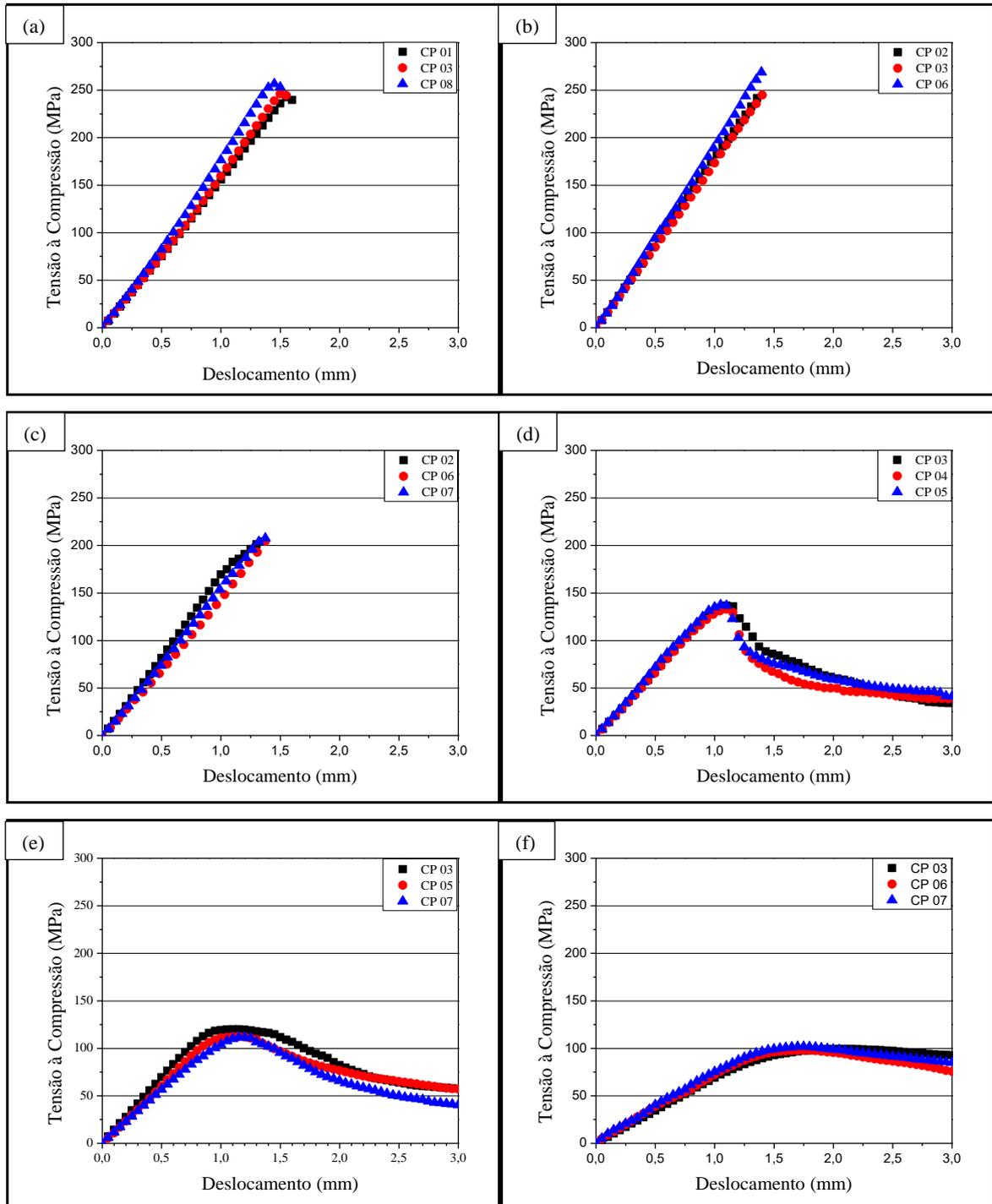
Figura 56 - Análise estatística dos resultados de: (a) resistência à flexão e (b) tenacidade à flexão



Fonte: Próprio autor

APÊNDICE II – Curvas do ensaio de compressão

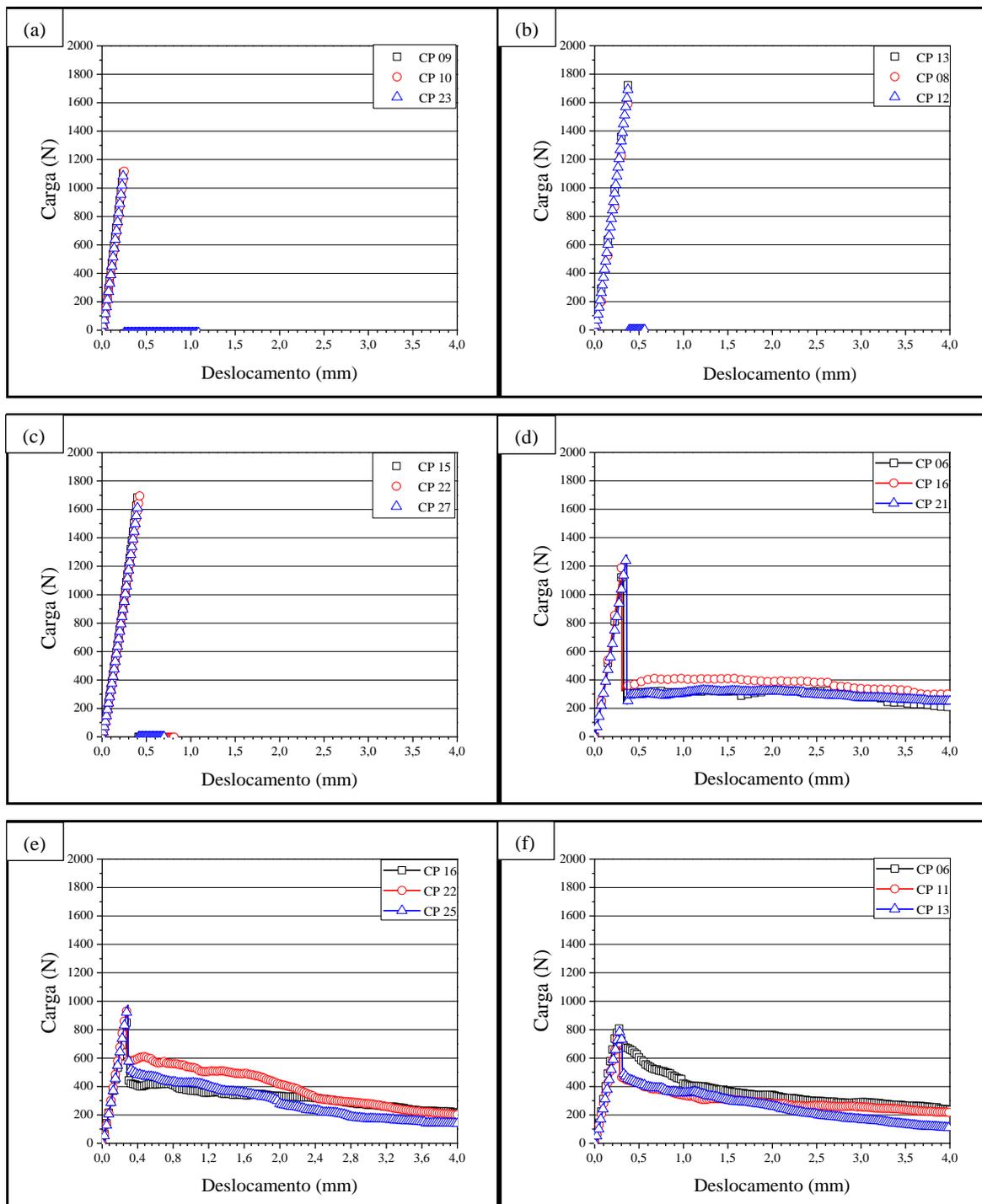
Figura 57 - Curvas obtidas no ensaio de compressão: (a) AC, (b) 20Si, (c) 20Si20MC, (d) 20Si1.9FA, (e) 20Si3.8FA e (f) 20Si5.6FA



Fonte: Próprio autor

APÊNDICE III – Curvas do ensaio de flexão

Figura 58 - Curvas obtidas no ensaio de flexão: (a) AC, (b) 20Si, (c) 20Si20MC, (d) 20Si1.9FA, (e) 20Si3.8FA e (f) 20Si5.6FA



Fonte: Próprio autor