



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE
MATERIAIS

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS
DE UM COMPÓSITO CERÂMICO REFORÇADO COM
PRODUTOS DA COMBUSTÃO DO CARVÃO MINERAL

GENILSON DE SOUZA LOPES JUNIOR

Fortaleza – CE
2011

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE
MATERIAIS

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS
DE UM COMPÓSITO CERÂMICO REFORÇADO COM
PRODUTOS DA COMBUSTÃO DO CARVÃO MINERAL

GENILSON DE SOUZA LOPES JUNIOR

Monografia em forma de trabalho final de curso apresentada à Universidade Federal do Ceará como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia Metalúrgica sob a orientação do professor Dr. Ricardo Emílio F. Quevedo Nogueira.

Fortaleza – CE
2011

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE
MATERIAIS

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS
DE UM COMPÓSITO CERÂMICO REFORÇADO COM
PRODUTOS DA COMBUSTÃO DO CARVÃO MINERAL

GENILSON DE SOUZA LOPES JUNIOR

Monografia em forma de trabalho final de curso apresentada à Universidade Federal do Ceará como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Aprovada em ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Dr. Ricardo Emílio F. Quevedo Nogueira (orientador)
Universidade Federal do Ceará

Dr. Marcelo José Gomes da Silva
Universidade Federal do Ceará

Dr. Enio Pontes de Deus
Universidade Federal do Ceará

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a duas pessoas especiais, ao Sr. Genilson de Souza Lopes e a Sra. Ana Lúcia Tobias Lopes, que em nenhum momento, mediram esforços para realização dos meus sonhos, que me ensinaram e incentivaram a andar sempre no caminho correto. Mostraram-me que a honestidade e o trabalho são essenciais à vida e que devemos sempre lutar por nossos objetivos. Sou eternamente grato e tenho muito orgulho por chamá-los de pai e mãe. Dedico também este trabalho aos meus irmãos; Luan James Tobias Lopes e Renan Tobias Lopes, a minha Tia Ana Maria Lourenço da Silva, minha linda e amada namorada Beatriz Oliveira Vasconcelos e aos meus colegas que estiveram comigo em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Expresso meus agradecimentos em primeiro lugar ao Deus Todo Poderoso Jeová, em quem acredito e tenho certeza que me ajudou de todas as formas, pois é Conhecedor da fé que possuo. Agradeço a todos aqueles que fazem parte do laboratório de ensaios mecânicos e do laboratório de materiais cerâmicos (LABMAT) da Universidade Federal do Ceará, ao Doutorando Halisson de Souza Pinheiro e ao bolsista Igor Sampaio por quem estou especialmente em débito, que não mediu esforços com sua contribuição para elaboração desse trabalho. Aos meus colegas de sala, que, com toda certeza, irão levar o nome da nossa Universidade com muito orgulho e competência. A todos os professores do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, responsáveis por todo o conhecimento que adquiri nesses mais de cinco anos de graduação e, em especial, aos professores Dr. Marcelo José Gomes da Silva, Dr. Enio Pontes de Deus e ao meu professor orientador Dr. Ricardo Emílio F. Quevedo Nogueira. Durante esses anos, vivi momentos felizes e alguns tensos, mas, no fim, valerá à pena cada segundo que passei dentro da Universidade Federal do Ceará. Obrigado a todos, abraço!

“Pensar é o trabalho mais difícil que existe.
Talvez por isso tão poucos se dediquem a ele.”

Henry Ford

RESUMO

Grande parte dos processos industriais são fontes geradoras de resíduos, provocando, quase sempre, a degradação do meio ambiente. Um exemplo desses resíduos são os provenientes do processo de dessulfuração semi-seca (FGD) dos gases produzidos nas usinas termoelétricas, que utilizam o carvão mineral como combustível. Esses resíduos são potencialmente prejudiciais ao meio ambiente, podendo contaminar águas superficiais e subterrâneas, devido à presença de elementos como o enxofre. Outro processo industrial que é grande gerador de resíduos sólidos é o beneficiamento de rochas (resíduos de granito) feitas a partir da serragem de grandes blocos. A utilização desses resíduos industriais apresenta-se como uma excelente alternativa para redução do impacto ambiental causado. Neste trabalho, foram realizados ensaios de caracterização química (fluorescência de raios-X), ensaio para determinação das propriedades físicas (retração linear e variação mássica) e para determinação das propriedades mecânicas (microdureza e compressão diametral), com o objetivo de mostrar a viabilidade do uso dos resíduos do granito, como matriz-cerâmica, e dos resíduos da combustão do carvão mineral, como fase-reforço, para fabricação de peças de compósitos cerâmicos. Após a realização de todos os ensaios, os resultados apresentaram um ganho significativo nas propriedades das peças, constatando-se que o uso dos produtos da combustão do carvão mineral como fase-reforço do granito é bastante viável.

ABSTRACT

Many industrial processes are sources of waste, causing almost always the degradation of the environment. An example of such waste are the coal combustion products from the semi-dry flue gas desulphurisation (FGD) of gases produced in power plants that use coal as fuel. These wastes are potentially harmful to the environment and can contaminate surface and groundwater due to the presence of elements such as sulfur. Another manufacturing process that is a big generator of solid waste is the processing of granite stone (granite waste). The use of industrial wastes presents itself as an excellent alternative for reducing environmental impact. In this work, we performed chemical characterization (X-ray fluorescence), tests for determination of physical properties (linear shrinkage and mass change) and for determining the mechanical properties (microhardness and diametral compression) in order to show the feasibility of using of granite wastes as ceramic matrix, and coal combustion products as a reinforcing phase in the manufacture of ceramic composite parts. After completion of all tests, the results showed a significant gain in the properties of the parts, noting that the use of combustion products of coal as a strengthening phase of the granite is quite feasible.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – (a) Propagação de uma trinca em uma fratura transgranular. (b) Propagação de uma trinca em uma fratura intergranular [de Callister, 2008, 158 p.].....	5
FIGURA 2 – (a) Modo I, modo de tração; (b) Modo II, modo de cisalhamento; (c) Modo III, modo de rasgamento [de Barry & Norton, 2007, 294 p.].....	6
FIGURA 3 – Propagação da trinca instável e estável para um material frágil sob tração (T) e compressão (C), respectivamente [de Barry & Norton, 2007, 297 p.].....	7
FIGURA 4 – Igreja de São Pedro, foto de Marc Ferrez.....	9
FIGURA 5 – Ilustração de como seria o deslocamento da igreja utilizando os rolos de concreto.....	10
FIGURA 6 – Ilustração da adaptação do corpo de prova para o ensaio de compressão diametral [modificada de Thomaz, 4 p.].....	10
FIGURA 7 – (a) Configuração de tensões no ensaio de compressão diametral (σ_x e σ_y) e (b) Distribuição de tensões ao longo do plano diametral (desde o centro “o” até a superfície) [de Pittet & Lemaître, 2000].....	12
FIGURA 8 – Ilustração do molde composto por duas partes móveis para acoplagem dos corpos de prova cilíndricos [modificada de Grantham & Field, 2004].....	13
FIGURA 9 – Etapas de propagação da fratura frágil durante o ensaio de compressão diametral. A falha inicia-se no centro da peça e propaga-se na direção de aplicação da carga [de Mahabadi & Grasselli, 2009].....	13
FIGURA 10 – Perfil do corpo de prova (a) de pequena espessura (disco fino) não centralizada com o eixo de aplicação da carga e (b) de espessura elevada com irregularidades na superfície de contato, sofrendo fratura cisalhante durante a aplicação da carga F.....	14
FIGURA 11 – Fluorescência de Raio-X; Rigaku, Modelo: ZSX Mini II.....	18
FIGURA 12 – Pós dos resíduos do granito Asa Branca (esquerda) e dos resíduos do carvão mineral (direita).....	19

FIGURA 13 – Peças a verde compactadas nas composições de 20%p de resíduos do carvão mineral (esquerda) e 0%p de resíduos do carvão mineral (direita).....	21
FIGURA 14 – (a) Prensa manual de 15 toneladas e (b) Molde metálico para conformação das peças circulares (discos).....	21
FIGURA 15 – Peças sinterizadas: (a) CP-0, (b) CP-10, (c) CP-20 e (d) CP-30.....	22
FIGURA 16 – Microdurômetro Shimadzu HMV.	24
FIGURA 17 – (a) Máquina universal de ensaio EMIC – 100kN. (b) e (c) molde metálico para acoplagem utilizado durante o ensaio.	25
FIGURA 18 – Corpo de prova em posição antes do início do ensaio de compressão diametral após aplicação de uma pequena carga de compressão para acoplagem.....	26
FIGURA 19 – Aumento da variação mássica com a adição dos resíduos do carvão mineral.....	29
FIGURA 20 – Aumento da retração linear com a adição dos resíduos do carvão mineral.....	30
FIGURA 21 – Microdureza Vickers das peças sinterizadas com a adição dos resíduos do carvão mineral com seus respectivos desvios padrões.....	32
FIGURA 22 – Resistência à tração das peças sinterizadas com a adição dos resíduos do carvão mineral com seus respectivos desvios padrões.....	33
FIGURA 23 – Amostras fraturadas no plano diametral após o ensaio de compressão diametral (<i>Brazilian Test</i>).....	34

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Proporções de massa utilizada para realização da mistura.....	20
TABELA 2 – Composição química dos resíduos do granito e dos resíduos do carvão mineral.....	27
TABELA 3 – Variação Mássica das peças CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.....	28
TABELA 4 – Retração Linear das peças CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.....	30
TABELA 5 – Resultado da Microdureza Vickers das peças CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.....	31
TABELA 6 – Resultado da média amostral da resistência à tração, desvio padrão e coeficiente de variação dos corpos de prova.....	33

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. Objetivos gerais	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. A importância de se utilizar resíduos sólidos nos materiais cerâmicos	3
2.2. Fragilidade dos materiais cerâmicos	4
2.3. Compressão Diametral (<i>Brazilian Test</i>)	8
2.3.1. A História	8
2.3.2. Fundamentos Teóricos	10
2.4. Estatística Descritiva – Medidas de Dispersão	15
2.4.1 Média Amostral (\bar{x})	15
2.4.2 Desvio Padrão (S)	15
2.4.3 Coeficiente de Variação (CV)	16
3. MATERIAL E MÉTODOS	17
3.1. Matéria-Prima	18
3.2. Caracterização do Material	18
3.2.1 Fluorescência de Raio-X	18
3.3. Procedimento experimental	19
3.3.1. Seleção do Material	19
3.3.2. Secagem e Moagem	19
3.3.3. Mistura	20
3.3.4. Compactação	21
3.3.5. Sinterização	22
3.4. Determinação das Propriedades Físicas	23
3.4.2. Variação Mássica	23
3.4.1. Retração Linear	23
3.5. Determinação das Propriedades Mecânicas	24
3.5.1. Microdureza Vickers	24
3.5.2. Compressão Diametral	25
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	27

4.1. Caracterização do Material	27
4.1.1 Fluorescência de Raio-X.....	27
4.2. Determinação das Propriedades Físicas	28
4.2.1 Variação Mássica.....	28
4.2.2 Retração Linear	29
4.3. Determinação das Propriedades Mecânicas.....	31
4.3.1 Microdureza Vickers	31
4.3.2 Compressão Diametral	32
5. CONCLUSÕES	36
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	39

1. INTRODUÇÃO

A reutilização de resíduos provenientes das atividades industriais é um ato indispensável para preservação do meio ambiente. A reutilização por si só não resolve os problemas relacionados com os resíduos, mas contribui enormemente por serem aproveitados como matéria prima, pois, de outra forma, seriam destinadas ao estoque ou ao aterro. Tais reutilizações diminuem a necessidade de novas explorações de recursos naturais e se tornam uma atividade lucrativa, contribuindo para a redução de custos na fabricação de certos materiais.

Com a necessidade de se obter mais energia, uma alternativa para acompanhar o crescimento industrial são as termoelétricas a carvão. Durante a queima do carvão mineral, são gerados vários tipos de resíduos. Os produtos sólidos originados da combustão do carvão mineral são considerados, geralmente, como um rejeito inútil. Independente dos vários usos que podem ser dados para esses resíduos, os constituintes não voláteis presentes nos resíduos sempre estarão presentes nestes materiais, independente, de suas concentrações.

Esses resíduos são potencialmente prejudiciais ao meio ambiente, podendo contaminar águas superficiais e subterrâneas, devido a componentes inerentes a sua composição, como o enxofre. Além do gás a base de enxofre (SO_2/SO_3) produzido durante a combustão do carvão mineral, os resíduos, se descartados no solo, podem produzir sulfeto de hidrogênio (H_2S). O sulfeto de hidrogênio é considerado um veneno de largo espectro e pode acumular-se nas camadas densas das águas, tornando esta porção da coluna de água nociva a maioria dos organismos aquáticos (BREY, 2004). Quanto à disposição da maioria destes elementos químicos ao meio ambiente, deve ser obedecida à norma brasileira NBR 10004 (Resíduos Sólidos – Classificação), que classifica os resíduos sólidos quanto a seus riscos potenciais ao meio ambiente e à saúde pública.

Trabalhos recentes desenvolvidos no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Ceará mostraram a viabilidade da adição de resíduos da combustão do carvão mineral como fase-reforço em

peças cerâmicas fabricadas a partir de resíduos de granito como matriz-cerâmica. Nesse trabalho, foram avaliadas as propriedades físicas e químicas desse material para verificar o efeito da adição dos produtos da combustão do carvão mineral (PINHEIRO, 2010).

1.1. Objetivos gerais

O presente trabalho tem por objetivo avaliar a viabilidade do uso dos resíduos da combustão do carvão mineral, obtidos a partir do processo FGD de dessulfuração dos gases, e dos resíduos de granito para fabricação de peças de compósitos cerâmicos. Para isso, foram utilizados ensaios químicos, físicos e mecânicos.

Para atingir esses objetivos, a metodologia adotada seguiu a seguinte ordem de preparação: caracterização química dos resíduos, secagem, moagem, peneiramento, mistura, compactação, sinterização, determinação das propriedades físicas e determinação das propriedades mecânicas.

As peças cilíndricas foram fabricadas com as seguintes composições: 0%p (ou seja, 100%p de granito), 10%p, 20%p e 30%p (em massa) de resíduos da combustão do carvão mineral.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. A importância de se utilizar resíduos sólidos nos materiais cerâmicos

Atualmente, tem-se dado muita importância a estudos que visam a reutilização de resíduos sólidos devido ao aumento descontrolado desses resíduos. Um fator notável para o aumento desses resíduos é o crescimento industrial presenciado nas últimas décadas.

O desenvolvimento industrial tem como principal objetivo o aumento da produção, e este é diretamente proporcional ao consumo de energia e à produção de resíduos. A reciclagem é uma das melhores soluções, pois, além de gerar uma grande economia para o país, é uma grande alternativa para a redução desses resíduos.

Durante a queima do carvão mineral em usinas termoelétricas, são gerados vários tipos de resíduos ou subprodutos. Esses produtos incluem as cinzas volantes, as cinzas pesadas ou de fundo, a escória da caldeira e os resíduos provenientes do processo de dessulfuração semi-seca dos gases de combustão.

Todo carvão mineral tem em sua composição enxofre e outros componentes. Durante o processo de queima, o enxofre se transforma em SO_2 e SO_3 . Visando a redução desses poluentes contidos nos gases de combustão, a dessulfuração dos gases é realizada utilizando o processo chamado de FGD (*Flue Gas Desulfurization*) Sistema de Dessulfurização de Gases.

Os resíduos provenientes do processo FGD semi-seco têm sua utilização muito limitada por conterem um alto teor de enxofre em sua composição. Já as cinzas do carvão mineral são facilmente utilizadas na fabricação de diversos tipos de peças cerâmicas por possuírem em sua composição elementos semelhante aos de alguns materiais cerâmicos, como: silício, cálcio e alumínio (SANTOS, 2003).

Outro processo industrial que é um grande gerador de resíduos sólidos são as fábricas que trabalham com beneficiamento de rochas ornamentais (resíduos de corte de granito) feitas a partir da serragem de grandes blocos de rocha. Visto que uma grande quantidade da rocha é transformada em pó

durante a serragem (cerca de 25 a 30%), a significativa produção desse resíduo é um fator estimulante aos estudos e às pesquisas de reaproveitamento desse pó, pois, na maioria dos casos, esse resíduo é depositado no pátio das empresas (PEREIRA, 2000).

Com isso em mente, muitos estudos têm sido feitos para mostrar a viabilidade e a importância de se utilizar resíduos sólidos nos materiais cerâmicos. Aliado aos estudos de reaproveitamento de resíduos sólidos nas cerâmicas, as propriedades desse “novo” material têm que apresentar e manter um padrão de qualidade para viabilizar financeiramente o uso de tais resíduos. Dependendo de sua futura aplicação, são utilizados alguns ensaios para certificar e garantir a qualidade do material. No caso de ensaios mecânicos, o ensaio de compressão diametral é uma alternativa para determinar a resistência à tração dos corpos de prova cilíndricos.

O porquê de se utilizar o ensaio de compressão diametral para determinar a resistência à tração das peças cerâmicas será explicado na próxima parte: Fragilidade dos materiais cerâmicos.

2.2. Fragilidade dos materiais cerâmicos

A classe dos materiais cerâmicos está em crescente evolução nos últimos anos. Cerca de 40 anos atrás, os mais importantes materiais nesta classe eram denominados "cerâmicas tradicionais", aquelas em que a matéria-prima básica é a argila.

Atualmente, grandes progressos têm sido feitos no entendimento do caráter fundamental das cerâmicas. Por isso, uma nova geração destes materiais foi desenvolvida e o termo "cerâmica" está ganhando uma atenção mais ampla com o surgimento das chamadas “cerâmicas modernas”. Esta “nova” classe tem um efeito importante sobre nossas vidas nos ramos: eletroeletrônico, computadores, comunicação, aeroespacial e na medicina com os chamados biomateriais.

Porém, os materiais cerâmicos têm sua aplicação muito limitada devido às suas propriedades mecânicas, que em muitos aspectos são inferiores às daquelas dos metais. A principal desvantagem é a propensão à fratura de

maneira frágil, com alta dureza e pouquíssima tenacidade (absorção de energia) (CALLISTER, 2008, 321 p.).

Uma das razões para a dureza e fragilidade destes materiais é a dificuldade de movimento das discordâncias. Em termos de deformação mecânica, o movimento de discordância não é tão importante para os materiais cerâmicos quanto para os metais. Nas cerâmicas, as discordâncias não se movem tão facilmente e não são tão numerosas quanto nos metais. Quando elas se movimentam, o plano escolhido para deslizar será aquele que possui uma maior densidade atômica, visto que a densidade das discordâncias depende da orientação cristalográfica (BARRY & NORTON, 2007, 201 P.).

A fratura frágil consiste na formação e na propagação de trincas ao longo da seção transversal do material, em uma direção perpendicular à carga aplicada. Conforme Figura 1, o crescimento da trinca nas cerâmicas cristalinas pode ser do tipo transgranular (através dos grãos), e do tipo intergranular (ao longo dos contornos de grãos) (CALLISTER, 2008, 321 p.).

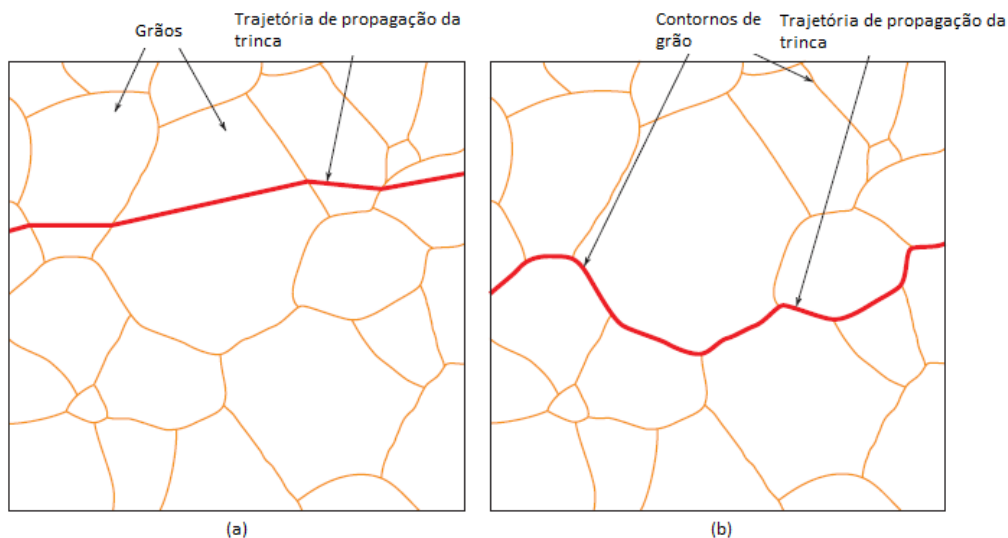


Figura 1 - (a) Propagação de uma trinca em uma fratura transgranular; (b) Propagação de uma trinca em uma fratura intergranular [de Callister, 2008, 158 p.].

A capacidade de um material cerâmico resistir à fratura quando uma trinca está presente é especificada em termos da tenacidade à fratura. A tenacidade à fratura em deformação plana, K_{Ic} , é definida de acordo com a expressão:

$$K_{Ic} = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (1)$$

Onde Y é uma função adimensional, que depende tanto da amostra quanto da geometria da trinca, σ é a tensão aplicada e a é o comprimento de uma trinca superficial ou a metade do comprimento de uma trinca interna. A propagação da trinca só irá ocorrer quando o lado direito da equação for superior à tenacidade à fratura em deformação plana da cerâmica (BARRY & NORTON, 2007, 292 - 294 P.).

Existem três modos de deformação fundamentais que podem ser importantes para a propagação de uma trinca, os quais são ilustrados na Figura 2.

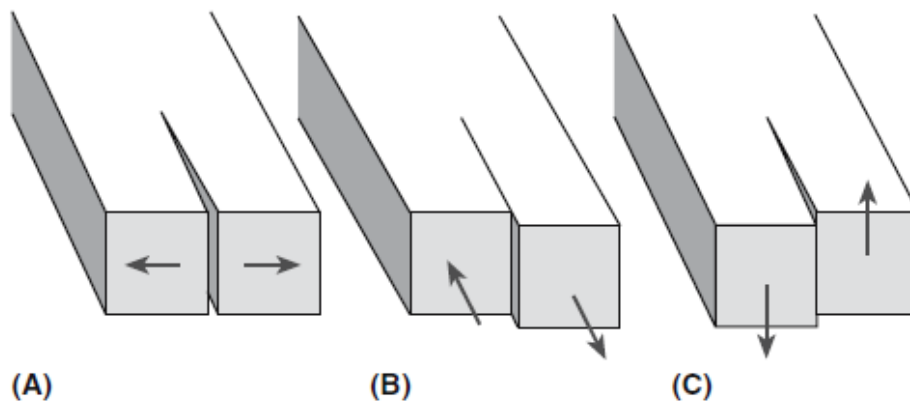


Figura 2 - (a) Modo I, modo de tração; (b) Modo II, modo de cisalhamento; (c) Modo III, modo de rasgamento [de Barry & Norton, 2007, 294 p.].

O índice I em K_{Ic} indica que a tenacidade à fratura em deformação plana se aplica ao modo I de deslocamento de trincas, como ilustrado na Figura 2a. Os modos II e III também são possíveis, porém o modo I geralmente é o mais crítico e o mais comum dentre eles.

Antes de usarmos uma cerâmica em uma aplicação de carga, o ideal seria ter as seguintes informações sobre ela:

- Módulo de Young ou módulo de elasticidade;
- Limite de resistência à tração;
- Taxa de propagação de trinca;
- Resistência à fadiga;
- Tensão de ruptura.

O comportamento tensão-deformação das cerâmicas, porém, não é avaliado através de um ensaio de tração por três motivos principais. Primeiro, é difícil preparar as amostras com a geometria padrão exigida por norma. Segundo, é difícil fixar o corpo de prova cerâmico sem fraturá-lo; e em terceiro, as cerâmicas geralmente falham após uma pequena deformação, o que exige que os corpos de prova de tração estejam perfeitamente alinhados para evitar a presença de tensões de flexão (CALLISTER, 2008, 324 p.).

As cerâmicas resistem melhor a forças de compressão do que a forças de tração devido à propagação das trincas. Um mesmo material cerâmico pode resistir sem fraturar por muitos anos - embora existam rachaduras em sua estrutura – por causa de como as forças sobre esse material estão sendo aplicadas. Como se pode notar na Figura 3, a propagação das trincas se comporta de maneira diferente em compressão e em tração. Em compressão, as trincas se propagam de forma mais estável ao longo do eixo de compressão. Neste caso, a fratura não é causada pela rápida propagação da trinca instável como na tração. Enquanto na tração, a preocupação é com a maior e mais favorável trinca, ou seja, aquela perpendicular ao eixo da força aplicada; na compressão, a preocupação é com o tamanho da falha média. O resultado é que, na compressão, a amostra vai esmagar ou “esconder” as trincas, em vez de fraturar (BARRY & NORTON, 2007, 297 P.).

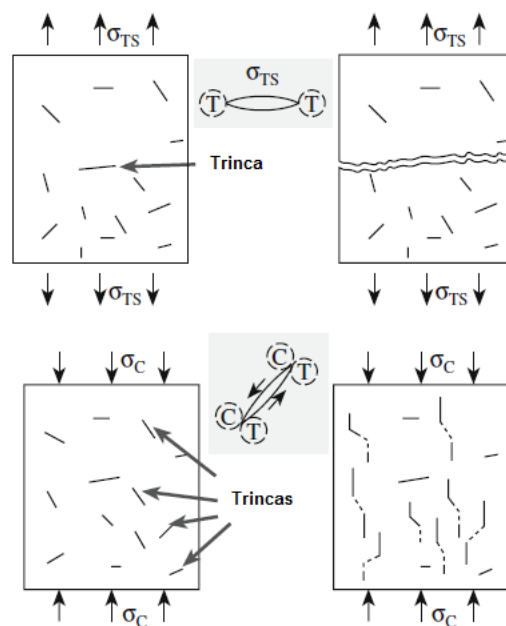


Figura 3 - Propagação da trinca instável e estável para um material frágil sob tração (T) e compressão (C), respectivamente [de Barry & Norton, 2007, 297 p.].

Na maioria das vezes, é empregado um ensaio de flexão como alternativa para determinar algumas propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos. Como já comentado, outro ensaio para determinar a resistência à tração em materiais frágeis é o ensaio de compressão diametral. O histórico e os fundamentos teóricos desse ensaio alternativo serão apresentados na parte que se segue.

2.3. Compressão Diametral (*Brazilian Test*)

2.3.1. A História

A engenharia brasileira deve muito ao Prof. Fernando Lobo Carneiro. Autor de métodos adotados internacionalmente nessa área, Lobo Carneiro trabalhou durante 33 anos no INT (Instituto Nacional de Tecnologia), elaborou um método de dosagem experimental de concretos e um método para calcular a resistência dos concretos à tração, adotado em todo o mundo e conhecido como *Brazilian Test* (ensaio brasileiro) (PLANETA COPPE, 2001).

O ensaio *Brazilian Test* teve origem casual, pois resultou de uma solicitação de ensaios de rolos de concreto por parte da firma Estacas Franki Ltda, em 1942. Este trabalho foi supervisionado por Fernando Lobo Carneiro e apresentou resultados imprevistos: verificou-se que a ruptura se dava por tração, segundo o plano diametral em que atuavam as forças de compressão.

Esta constatação levou Lobo Carneiro a realizar um estudo teórico do problema que conduziu à criação de um novo método para a determinação da resistência à tração dos concretos, por meio de ensaio de compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. O pedido visava a remoção da Igreja de São Pedro, localizada na esquina da antiga Rua São Pedro com a Rua dos Ourives (atual Miguel Couto), para a abertura da atual Avenida Presidente Vargas, no Rio de Janeiro. Os rolos enviados para teste ao INT teriam a função de sustentar pistas de concreto sobre as quais se faria o deslocamento da Igreja (REDETEC, 2011).



Figura 4 - Igreja de São Pedro, foto de Marc Ferrez.

O novo método foi apresentado por seu autor na 5ª Reunião da Associação Brasileira de Normas Técnicas, em setembro de 1943, e, dez anos mais tarde, soube-se que, por singular coincidência, o pesquisador japonês Tsuneo Akasawa chegara, independentemente, aos mesmos resultados, em Tokio, em novembro de 1943, cerca de dois meses após a comunicação do engenheiro brasileiro. Através da RILEM (Reunião Internacional dos Laboratórios de Ensaios de Materiais), o método de Lobo Carneiro foi divulgado internacionalmente, tendo sido adotado pelo Comitê Europeu de Concreto, pela própria RILEM e pela *American Society for Testing Materials*.

O projeto de transporte da igreja consistia em substituir a parte inferior das paredes da igreja por concreto. Sob o concreto, seriam colocados rolos que serviriam para deslocar a igreja até o outro lado da avenida. A Franki tinha tido sucesso na Europa no transporte de construções sobre rolos de aço, mas aqui no Brasil surgiu a idéia de fazer rolos de concreto com 60cm de diâmetro. Quando Lobo Carneiro pôs o rolo de concreto na máquina, ele quebrou de uma maneira inteiramente diferente: por uma fissura vertical, abrindo-se em dois. Lobo Carneiro estudou o caso e lhe ocorreu propor um novo método para a determinação da resistência à tração dos concretos (CANAL CIÊNCIA, 1991).

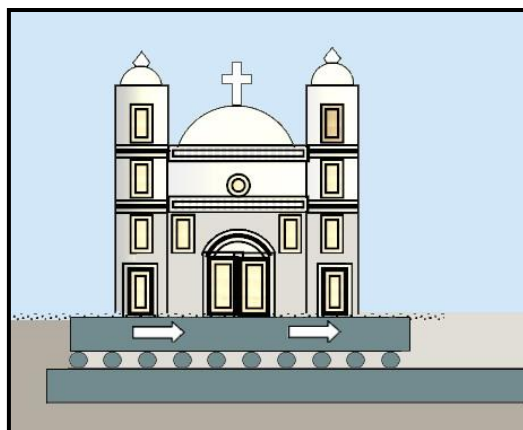


Figura 5 - Ilustração de como seria o deslocamento da igreja utilizando os rolos de concreto.

A igreja acabou sendo demolida porque suas alvenarias eram bastante espessas - algumas tinham mais de um metro - mas completamente heterogêneas. Dentro delas havia pedaços de estátuas, madeira e tijolos, o que as tornavam fracas, impossibilitando o transporte da mesma.

2.3.2. Fundamentos Teóricos

O ensaio de compressão diametral (*Brazilian Test*) consiste na aplicação de uma carga na direção vertical sobre o corpo de prova entre duas placas (Figura 6) a fim de se obter a resistência à tração por meio de uma compressão no plano diametral, ou seja, o plano de ruptura vertical de simetria da peça cilíndrica (CLAESSON & BOHLOLI, 2002).

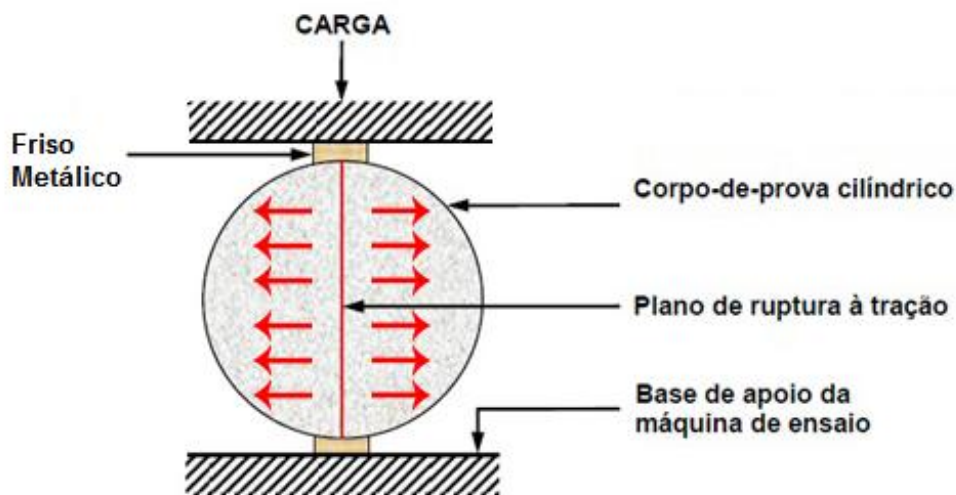


Figura 6 - Ilustração da adaptação do corpo de prova para o ensaio de compressão diametral [modificada de Thomaz, 4 p.].

O procedimento de teste e de preparação das amostras é relativamente simples. O corpo de prova é colocado com o eixo vertical entre os pratos da máquina de ensaio e o contato entre o corpo de prova e os pratos deve ocorrer somente ao longo de duas geratrizes, onde são colocados dois frisos metálicos ou um molde específico diametralmente oposto, sendo aplicada uma força até a ruptura da peça, devido à tração indireta.

De acordo com a norma NBR 7222 (2010), a resistência à tração indireta de uma amostra cilíndrica é dada pela seguinte equação:

$$\sigma = \frac{2.F}{\pi.d.L} \quad (2)$$

Onde;

- σ é a resistência à tração, expressa em MPa.
- F é a carga máxima obtida no ensaio, em N.
- d é o diâmetro do corpo de prova em mm.
- L é a altura, ou espessura do corpo de prova em mm.

Essa equação é obtida analiticamente, partindo do princípio que o material analisado seja isotrópico e homogêneo. Para materiais não homogêneos e anisotrópicos, a solução típica baseada na homogeneidade do material não pode ser aplicada. Para isso, são necessários estudos experimentais e numéricos para avaliar corretamente as forças que atuam sobre esse material (MAHABADI & GRASSELLI, 2009).

O termo “tração indireta” é utilizado porque, por meio de uma tensão de compressão no eixo vertical (σ_y), é produzida uma tensão de tração (σ_x) perpendicular ao plano diametral entre as duas placas. Isto levará a uma fratura ao longo da linha de contato entre as placas, dividindo a amostra lateralmente, causando a falha. No ensaio de tração direta, o estado plano de tensão é uniaxial (σ_y). Já no ensaio de compressão diametral, o estado plano de tensões é biaxial ($\sigma_{x,y}$). Por isso, o *Brazilian Test* é um método indireto para se determinar a resistência à tração de um material frágil.

De maneira geral, considera-se apenas o plano vertical diametral da amostra testada, pois, tratando-se de materiais frágeis, as tensões de tração

são mais importantes (críticas) para este plano do que as tensões de compressão, conforme Figura 7.

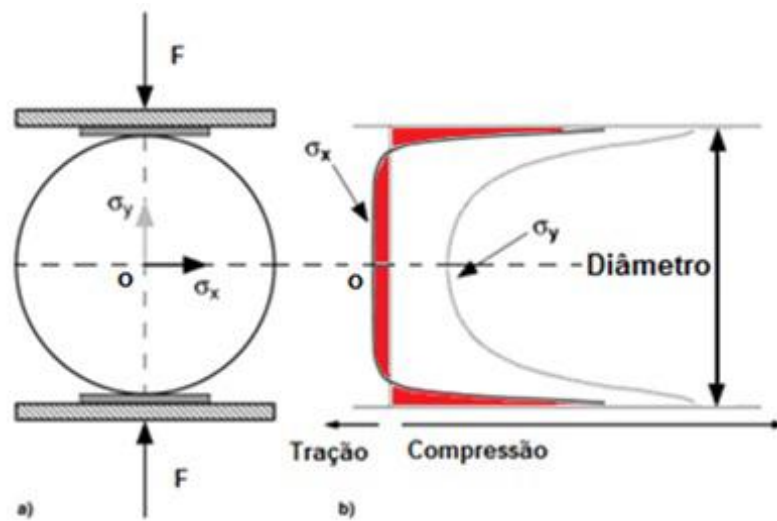


Figura 7 - (a) Configuração de tensões no ensaio de compressão diametral (σ_x e σ_y) e (b) Distribuição de tensões ao longo do plano diametral (desde o centro “o” até a superfície) [de Pittet & Lemaître, 2000].

Analisando a Figura 7b, pode-se notar que, em aproximadamente $\frac{1}{4}$ do diâmetro da peça, as tensões de compressão verticais (σ_y) tornam-se tensões de tração (σ_x) quando se afastam dos pontos de contato na superfície da peça. As tensões verticais (σ_y) são de compressão em toda a superfície da peça, ou seja, nas bordas do plano diametral (PITTET & LEMAÎTRE, 2000).

A tensão de compressão máxima ocorre na superfície da amostra, imediatamente abaixo da aplicação das cargas. A distribuição de carga aplicada é um fator muito importante para o sucesso do ensaio. A carga deve ser igualmente distribuída ao longo de todo o comprimento do corpo de prova. Se a área de contato entre os pratos da máquina de ensaio e a superfície do corpo de prova for muito pequena – geralmente causada por irregularidades na superfície do corpo de prova – a carga aplicada será muito concentrada, levando a uma compressão máxima localizada, podendo ocorrer uma falha causada por tensões de cisalhamento.

Para evitar esse problema, a norma NBR 7222 (2010) aconselha que a aplicação da carga adequada tem que ser acompanhada da colocação de um friso entre os pratos da máquina de ensaio e a peça. Uma alternativa é a

utilização de um molde metálico bipartido que possua um raio de concordância nas partes superior e inferior do molde bem maior que o raio da peça, conforme Figura 8.

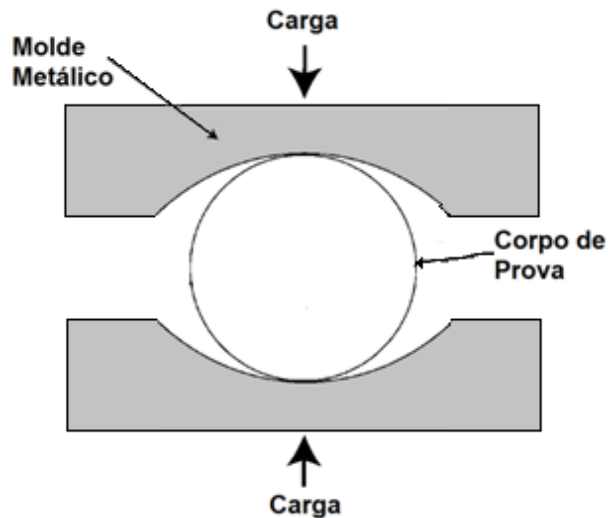


Figura 8 – Ilustração do molde composto por duas partes móveis para acoplamento dos corpos de prova cilíndricos [modificada de Grantham & Field, 2004].

Quando a carga é aplicada, a falha inicia-se no centro da peça. Neste local, a proporção entre tensão de compressão e tensão de tração é de aproximadamente igual a três ($\sigma_y = 3\sigma_x$) e se propaga para fora, ao longo da direção de aplicação da carga (WALSRI & FUENKAJORN, 2011). Embora a tensão de compressão seja três vezes maior do que a de tração, a cerâmica tende a fraturar por tração, pois resiste bem a tensões de compressão. A Figura 9 ilustra as etapas de propagação da fratura para uma peça submetida ao ensaio de compressão diametral.

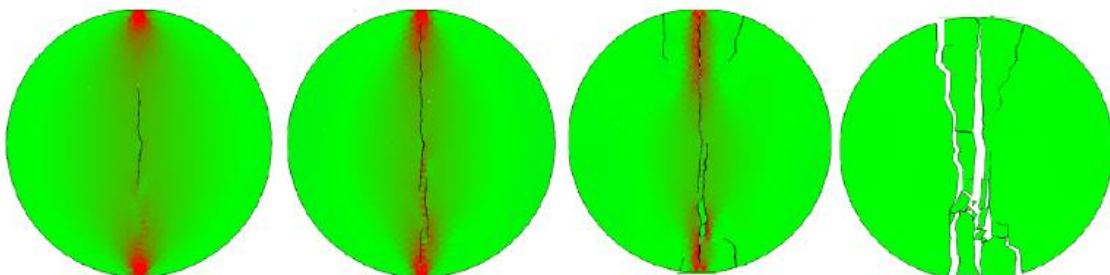


Figura 9 - Etapas de propagação da fratura frágil durante o ensaio de compressão diametral. A falha inicia-se no centro da peça e propaga-se na direção de aplicação da carga [de Mahabadi & Grasselli, 2009].

Segundo Stanley (2001), a relação entre a espessura L da amostra cilíndrica e o diâmetro d utilizado no ensaio é de aproximadamente 0,25 a 0,5. Estudos feitos nesta área mostraram que, para esta proporção, pode-se garantir o estado plano de tensões normais ($\sigma_{x,y}$) atuantes sobre a peça, ou seja, que as tensões horizontais (σ_x) atuem realmente como tensões de tração no centro da peça e que as verticais (σ_y) atuem como tensões de compressão em toda a superfície da amostra.

A espessura do corpo de prova não pode ser muito pequena, pois, se L da peça for muito pequeno (disco fino), existe a possibilidade de uma não centralização da peça com o eixo de aplicação da carga durante a fixação do disco à máquina de ensaio, tornando o ensaio inválido (Figura 10a).

Por outro lado, a espessura do corpo de prova também não pode ser muito elevada, pois a probabilidade de ocorrência de irregularidades na superfície da peça aumenta com o aumento da altura do cilindro. Se a carga aplicada for muito concentrada, devido a irregularidades na superfície, a peça poderá falhar por tensões de cisalhamento, levando também o ensaio ao insucesso (Figura 10b). Então, para evitar possíveis problemas durante a execução do ensaio, espera-se que a medida da espessura seja aproximadamente igual à do raio ($d/2$) da peça cilíndrica, obedecendo o intervalo de confiança proposto por Stanley de L/d entre 0,25 e 0,5.

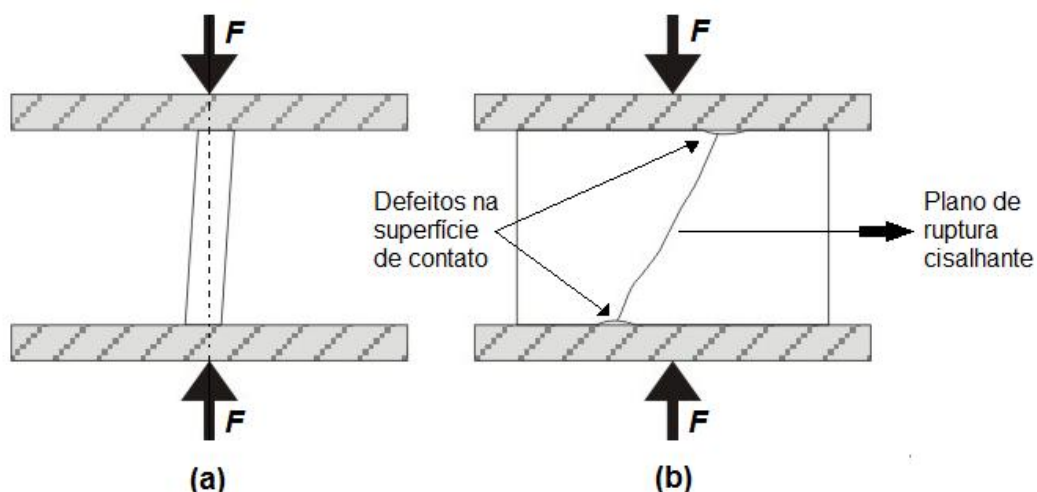


Figura 10 - Perfil do corpo de prova (a) de pequena espessura (disco fino) não centralizada com o eixo de aplicação da carga e (b) de espessura elevada com irregularidades na superfície de contato, sofrendo fratura cisalhante durante a aplicação da carga F .

2.4. Estatística Descritiva – Medidas de Dispersão

2.4.1 Média Amostral (\bar{x})

A média amostral de um grupo de dados é dada pela fórmula:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3)$$

Onde x_i são os valores das variáveis e n o número de valores do grupo de dados (TRIOLA *et al*, 1999).

Quando se realiza uma medida, é preciso estabelecer a confiança que o valor encontrado representa. Medir é um ato de comparar e esta comparação envolve erros dos instrumentos, do operador, do processo de medida e outros. Em qualquer situação deve-se adotar um valor que melhor represente a grandeza e uma margem de erro dentro da qual deve estar compreendido o valor real. Para isso, deve-se analisar os dados dispersos do conjunto de dados com relação às medidas de tendência central, especialmente com relação à média. Então, é preciso entender quais as medidas de dispersão que analisam esses dados dispersos.

Com isso, pode-se concluir que as medidas de dispersão avaliam a variabilidade dos dados com relação à sua média. As medidas de dispersão mais usadas são: Desvio Padrão (S) e Coeficiente de Variação (CV).

2.4.2 Desvio Padrão (S)

Desvio padrão é a medida de variação dos valores em relação à média, utilizando a mesma unidade de medida dos dados originais. Valores próximos um dos outros originam desvios padrão menores e mais próximos de sua média, enquanto que valores muito afastados um dos outros dão um desvio padrão maior e mais distante de sua média (MORETTIN *et al*, 2002). A fórmula para calcular o desvio padrão é:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (4)$$

Onde x_i são os valores das variáveis, n o número de valores do grupo de dados e \bar{x} o valor da média amostral.

2.4.3 Coeficiente de Variação (CV)

Coeficiente de variação é uma medida que avalia o quanto representa o desvio padrão com relação à média aritmética de um conjunto de dados ou compara a variabilidade de dois ou mais conjuntos de dados com relação à sua média aritmética (MORETTIN *et al*, 2002). O CV é calculado pela seguinte fórmula:

$$CV = \left(\frac{S}{\bar{x}}\right) \times 100 \quad (5)$$

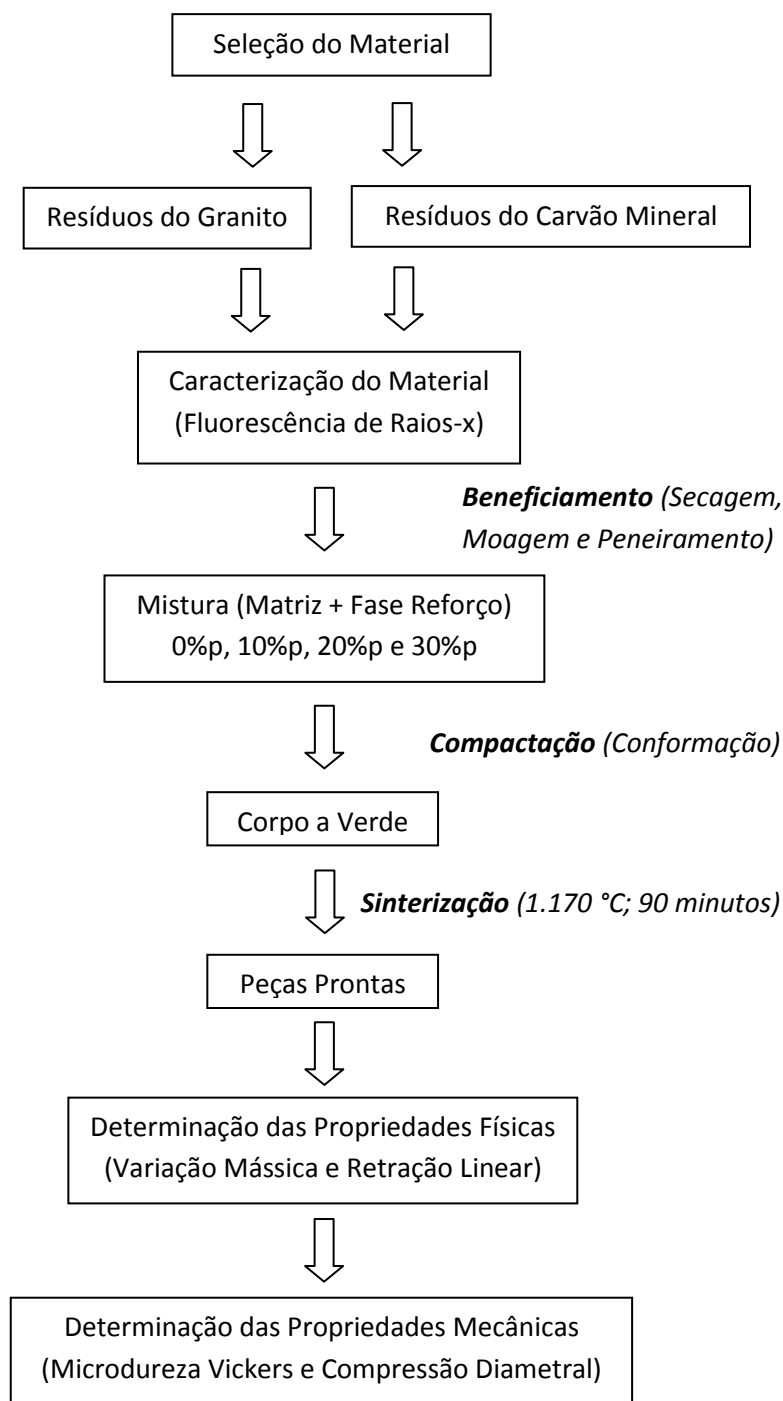
Onde S é o valor do desvio padrão amostral e \bar{x} o valor da média amostral.

Quanto menor for o CV, mais homogêneo será o conjunto de dados, ou seja, a média encontrada é mais representativa (KLEISON *et al*, 2011). Assim, para estabelecer um ponto de corte percentual, a tomada de decisão será baseada em:

- Se $CV \geq 50\%$ (Os dados são heterogêneos, ou seja, há alta dispersão e a média não é representativa).
- Se $CV < 50\%$ (Os dados são homogêneos, ou seja, há baixa dispersão e a média é representativa).

3. MATERIAL E MÉTODOS

Nesta parte do trabalho, serão apresentados todos os passos e procedimentos utilizados. A estratégia da pesquisa seguiu o roteiro do fluxograma apresentado a seguir:



Fluxograma da estratégia de pesquisa utilizada no trabalho.

3.1. Matéria-Prima

- **Matriz-Cerâmica:** O resíduo de granito que foi utilizado como matriz-cerâmica foi o granito Asa Branca, fornecido pela empresa IMARF, Brasil.
- **Fase-Reforço:** Resíduos da combustão do carvão mineral fornecidos pela empresa EDP, EUA.

3.2. Caracterização do Material

Para a caracterização dos resíduos de granito e dos resíduos do carvão mineral, foi utilizada a técnica de fluorescência de raios-X.

3.2.1 Fluorescência de Raio-X

Os ensaios de fluorescência de raios-X foram realizados nas amostras do pó de granito e do produto da combustão do carvão mineral a fim de obter sua composição química, utilizando um equipamento Rigaku, modelo ZSX Mini II (Figura 11) no Laboratório de Raios-x (LRX) pertencente ao Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará.



Figura 11 - Fluorescência de Raio-X; Rigaku, Modelo: ZSX Mini II.

3.3. Procedimento experimental

Neste item, serão explicados, de maneira sucinta, a seleção do material e o processo de fabricação dos corpos de prova cilíndricos. A metodologia utilizada segue o roteiro apresentado a seguir:

3.3.1. Seleção do Material

Como já mencionado, foram selecionados dois materiais para realização deste trabalho, são eles: resíduos do granito Asa Branca e resíduos da combustão do carvão mineral (Figura 12). O granito Asa Branca foi utilizado como matriz-cerâmica e cedido gentilmente pela empresa IMARF, Brasil. Utilizou-se, como fase-reforço, o produto da combustão do carvão mineral, fornecido pela empresa EDP, EUA.

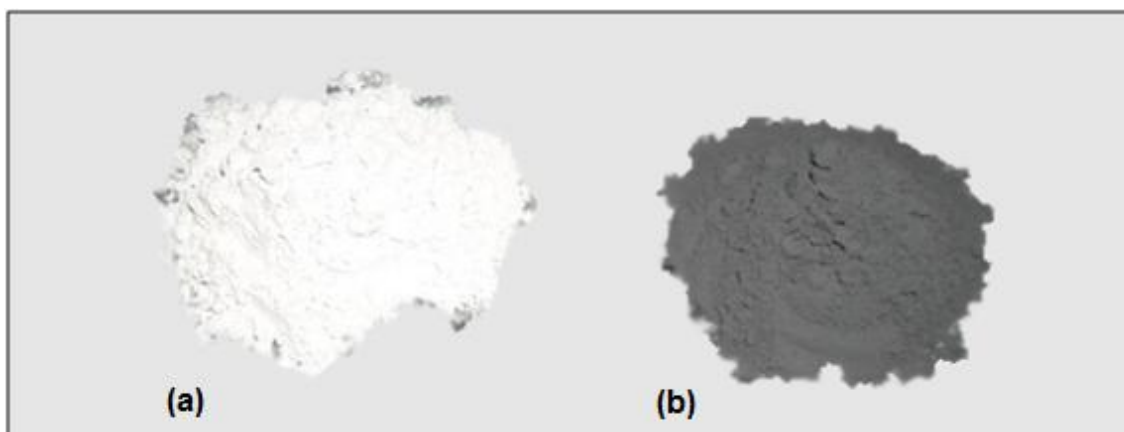


Figura 12 – (a) Pós dos resíduos do granito Asa Branca e (b) pós dos resíduos do carvão mineral.

3.3.2. Secagem e Moagem

Antes da moagem, os pós dos resíduos do granito e do carvão mineral foram levados à estufa para passarem pelo processo de secagem a uma temperatura de 105 °C por um período de 24 horas. Após secagem, o pó do resíduo do granito Asa Branca foi submetido à moagem em moinho de bolas, pertencente à Fundação Núcleo de Tecnologia Industrial do Ceará - NUTEC, por um período de 4 horas para a redução da granulometria das partículas, seguido de peneiramento em uma peneira com abertura de 75 μ m. Não foi necessário moer o resíduo da combustão do carvão mineral, por se tratar de

um pó já bastante fino. Após peneiramento de ambos os resíduos, foram coletadas e utilizadas as porções dos resíduos que passaram pela peneira com abertura de 75µm.

3.3.3. Mistura

Foram confeccionados corpos de prova com o pó de granito Asa Branca com adições de 0%p, 10%p, 20%p e 30%p (em massa) de pó do resíduo de carvão mineral.

Os pós foram pesados em uma balança analítica digital de marca Marte, modelo AS2000 C, pertencente ao Laboratório de Biomateriais do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, seguindo as devidas proporções. O ligante utilizado nessa mistura foi água destilada. Foram preparados 10 (dez) corpos de prova de cada composição, totalizando no final 40 (quarenta) corpos de prova. As proporções de massa utilizada para mistura de cada composição estão resumidas na tabela abaixo:

Tabela 1 - Proporções de massa utilizada para realização da mistura.

Concentração	Massa do Resíduo do Carvão Mineral	Massa do Resíduo do Granito Asa Branca	Massa Total da Mistura	5% de ligante
0%p	-	50g	50g	2,5ml
10%p	5g	45g	50g	2,5ml
20%p	10g	40g	50g	2,5ml
30%p	15g	35g	50g	2,5ml

Após pesagem e separação das proporções, os materiais foram misturados (resíduos do granito + resíduos do carvão mineral + água destilada) em um recipiente de porcelana até uma total homogeneidade da mistura.

3.3.4. Compactação

Após a realização das misturas, 4,5g do material foram compactados (conformados) uniaxialmente, numa prensa manual, utilizando uma carga de 2 (duas) toneladas durante 20s.

Foram confeccionados corpos a verde (como é chamada a peça cerâmica antes da sinterização) no formato circular (discos) com o diâmetro de 18,90mm (Figura 13).



Figura 13 – Peças a verde compactadas nas composições de 20%p de resíduos do carvão mineral e 0%p de resíduos do carvão mineral, respectivamente.

A Figura 14 exibe a prensa manual e o molde utilizado para a confecção das peças.

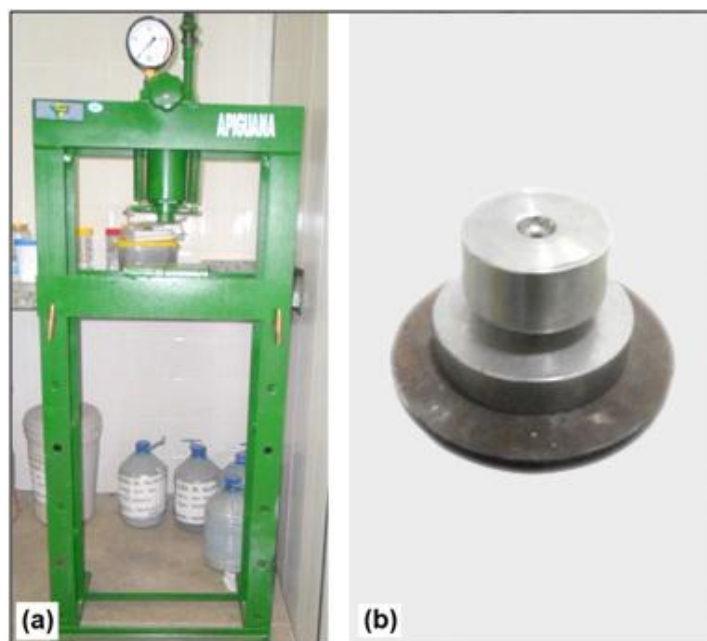


Figura 14 – (a) Prensa manual de 15 toneladas e (b) Molde metálico para conformação das peças circulares (discos).

3.3.5. Sinterização

Após vários testes de aprimoramento da técnica (tempo x temperatura) de sinterização, os corpos a verde foram sinterizados (queimados) a uma temperatura de 1.170 °C (patamar de sinterização) durante 90 minutos a uma taxa de aquecimento de 5 °C/minuto no forno elétrico *Linn Elektro Therm* pertencente ao departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará.

As peças a verde foram colocadas sobre um tijolo refratário adequado para evitar a contaminação do refratário do forno. Entre eles, foram depositados pós de alumina para evitar a “colagem” da peça a verde no refratário durante a sinterização. Após a queima, as peças foram retiradas do forno na temperatura ambiente após resfriamento das mesmas no próprio forno.

Após o processo de sinterização, os corpos de prova passaram a ser denominados de CP-0 (corpos de prova do resíduo do granito Asa Branca puro, ou seja, sem adição de produtos da combustão do carvão mineral), CP-10 (corpos de prova com 90%p de resíduo do granito Asa Branca e 10%p de produtos da combustão do carvão mineral), CP-20 e CP-30, seguindo a mesma lógica apresentada e obedecendo as quantidades de resíduos de carvão mineral (Figura 15).

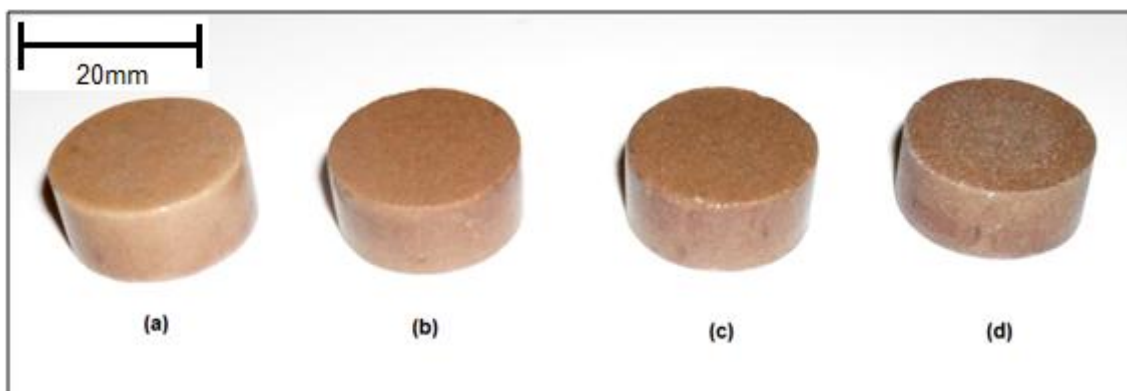


Figura 15 - Peças sinterizadas: (a) CP-0, (b) CP-10, (c) CP-20 e (d) CP-30.

3.4. Determinação das Propriedades Físicas

Para determinação das propriedades físicas das peças já sinterizadas, foram utilizadas 2 (duas) técnicas: variação mássica e retração linear.

3.4.2. Variação Mássica

Após a sinterização das peças a verde, foi realizado o ensaio de variação mássica em todas as peças: CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.

A variação mássica das peças foi determinada pela Equação 3:

$$\frac{\Delta m}{m_0} \% = \left(\frac{m_0 - m_s}{m_0} \right) \times 100 \quad (3)$$

Onde, m_0 é a massa da peça antes de ser sinterizada (a verde) e m_s a massa da peça após a sinterização, pesados na balança analítica digital Marte, modelo AS2000 C.

3.4.1. Retração Linear

Após a sinterização das peças a verde, foi realizado o ensaio de retração linear em todas as peças (CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30). A retração ocorre simultaneamente em todas as direções (tridimensional), mas neste trabalho foi considerada somente a dilatação linear de uma maior dimensão, ou seja, a diferença em termos de porcentagem nos diâmetros das peças.

A retração linear das peças foi determinada baseando-se na norma NBR 9623 (1986), através da Equação 4:

$$\frac{\Delta d}{d_0} \% = \left(\frac{d_0 - d_s}{d_0} \right) \times 100 \quad (4)$$

Onde, d_0 é o diâmetro da peça antes de ser sinterizada (a verde) e d_s o diâmetro da peça após a sinterização, medidos com um paquímetro Mitutoyo universal de precisão de $\pm 0,02\text{mm}$.

3.5. Determinação das Propriedades Mecânicas

Para determinação das propriedades mecânicas das peças já sinterizadas, foram utilizados 2 (dois) ensaios: de microdureza Vickers e de compressão diametral nas peças cilíndricas.

3.5.1. Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado nos corpos de prova CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30, sinterizados a temperatura de 1.170 °C. Para as medidas dos ensaios, utilizou-se o microdurômetro SHIMADZU HMV (Figura 16) no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) pertencente ao departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará. Foram feitas 10 indentações em 2 (duas) peças de cada composição, aplicando-se uma carga de 980,7 mN durante 10 segundos.



Figura 16 – Microdurômetro Shimadzu HMV.

A equação para a determinação da microdureza Vickers de acordo com a norma ASTM E384 (1999) é a seguinte:

$$H_V = 1,854 \left(\frac{P}{d_V^2} \right) \quad (5)$$

A microdureza Vickers é dada em HV ou em Kgf/mm², onde P é a carga aplicada e d_v é a média das diagonais impressa pela indentação na amostra.

3.5.2. Compressão Diametral

Oito peças de todas as composições (CP-0, CP-10, CP-20 e CP-3) foram numeradas (1 a 8) para facilitar a identificação das mesmas durante a realização do ensaio. Foi feito também o registro das medidas do diâmetro d e da espessura L de todas as peças e, por último, foram ensaiadas individualmente utilizando a técnica de compressão diametral a fim de obter a resistência à tração das peças cilíndricas sinterizadas.

Nos catálogos de pesquisa das normas ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) e ASTM (*American Society for Testing and Materials*) não existe nenhuma norma específica que contenha a metodologia de ensaio para determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos em matriz-cerâmica de granito com fase-reforço de resíduos de carvão mineral. Para realização do ensaio, no entanto, foram adotados os procedimentos de ensaio conforme norma NBR 7222:2010 (Argamassa e concreto - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos).

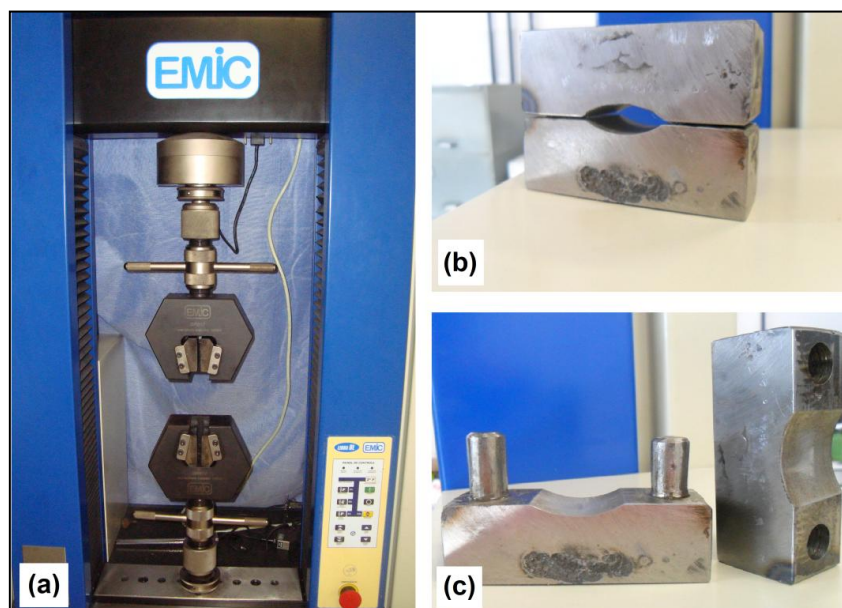


Figura 17 – (a) Máquina universal de ensaio EMIC – 100kN. (b) e (c) Molde metálico para acoplamento utilizado durante o ensaio.

O equipamento com o qual se realizou o ensaio foi a máquina universal de ensaios EMIC 100kN, Célula – Trd 28 (Figura 17a) pertencente ao Laboratório de Ensaio Mecânicos da Universidade Federal do Ceará. Admitiu-se em todos os corpos de prova uma relação L/d (espessura/diâmetro) entre 0,2 e 0,5, obedecendo à proporção estabelecida por Stanley (2001). Em questão de padronização, procurou-se deixar as peças após a sinterização com uma relação L/d de aproximadamente 0,5, ou seja, o valor da espessura da peça igual ao do raio.

Foi projetado e confeccionado um molde metálico composto de duas partes móveis com raio de concordância de 55mm e espessura de 15mm para acoplamento das peças na máquina de ensaio, conforme Figura 17b/c. Após colocar o corpo de prova em repouso no prato da máquina de compressão ao longo de uma geratriz, foram ajustados os pratos da máquina até que fosse obtida uma pequena compressão capaz de manter o corpo de prova em posição, conforme Figura 18.



Figura 18 - Corpo de prova em posição antes do início do ensaio de compressão diametral após aplicação de uma pequena carga de compressão para acoplamento.

Após acoplamento, a carga foi aplicada continuamente, sem choque, a uma velocidade de 5mm/minuto, até a ruptura da peça. O valor da carga máxima suportada pela peça até sua fratura foi coletado e registrada para futuros resultados. O procedimento foi repetido para todas as oito peças sinterizadas na ordem de composição: CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para determinação das propriedades físicas (variação mássica e retração linear) e das propriedades mecânicas (microdureza Vickers e compressão diametral), os ensaios foram realizados apenas nas peças que apresentaram a superfície vitrificada após a sinterização.

A razão para isso é que a vitrificação da superfície é a evidência de que a sinterização do resíduo de granito foi concluída e que os poros foram preenchidos por uma fase vítrea. E, analisando visualmente, todas as peças apresentaram uma superfície vitrificada.

4.1. Caracterização do Material

4.1.1 Fluorescência de Raio-X

A Tabela 1 mostra o resultado da composição química por fluorescência de raios-X dos resíduos do granito Asa Branca e dos resíduos da combustão do carvão mineral.

Tabela 2 - Composição química dos resíduos do granito e do carvão mineral.

Granito Asa Branca		Resíduos do Carvão Mineral	
Componente	Massa (%)	Componente	Massa (%)
Si	78,47	Si	37,14
Al	13,63	Ca	21,86
K	5,33	Al	14,69
Ca	1,47	S	8,70
Fe	0,76	K	2,96
S	0,14	Ti	2,46
Mn	0,09	Cl	1,61
Rb	0,05	P	0,31

Segundo Lobo (2009), os altos teores de Si e Al, obtidos na caracterização dos resíduos sólidos do granito, são características típicas de rochas ígneas (granito). Verifica-se que a matéria-prima do granito é constituída basicamente por materiais fundentes a base de aluminossilicatos e óxidos: K_2O , CaO e Fe_2O_3 .

Óxidos, geralmente, possuem um ponto de fusão elevado. Os chamados materiais fundentes nas cerâmicas (p. ex. feldspato) são componentes que promovem a formação de uma fase líquida (fase vítrea) durante a sinterização, auxiliando na redução da porosidade entre as partículas, aumentando a densidade relativa do material e garantindo uma sinterização em temperaturas mais baixas, como por exemplo, a temperatura de sinterização utilizada neste trabalho de 1.170 °C. Conforme Tabela 1, os altos teores de alumínio, de silício, de potássio e de cálcio garantiram um ponto de fusão em temperaturas mais baixas.

Na análise do resultado da fluorescência de raios-X dos resíduos do carvão mineral, observa-se uma grande quantidade de Si, de Ca e de Al. Esses elementos, em especial, caracterizam os resíduos do carvão mineral como uma matéria-prima adequada – em questões de análise química – para fabricação de peças cerâmicas. Outro fator notável é o alto teor de enxofre (aproximadamente 9%), que é sempre uma preocupação, pois, como já comentado, é um elemento que produz reações toxicológicas.

4.2. Determinação das Propriedades Físicas

4.2.1 Variação Mássica

A Tabela 2 mostra os resultados da variação em função da média das massas de todas as peças, antes e após a sinterização. Os resultados estão expressos em porcentagem, calculados de acordo com a fórmula (3).

Tabela 3 - Variação Mássica das peças CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.

Amostras	A Verde (g)	Sinterizada (g)	Variação (%)
CP-0	43,35	42,50	1,96
CP-10	42,81	40,99	4,25
CP-20	42,00	39,09	6,93
CP-30	41,28	37,23	9,81

À medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-cerâmica de granito, houve uma maior variação

mássica. A pequena umidade adquirida pelos materiais e a água destilada (ligante) utilizada durante a preparação das amostras foram perdidas logo no início da sinterização, pois possuem um baixo ponto de evaporação, por volta de 100 °C.

Os resíduos do carvão mineral e o granito também possuem elementos de baixo ponto de ebulição. O enxofre livre presente nos resíduos do carvão mineral, por exemplo, possui um ponto de ebulição de 445 °C (LABVIRTUAL, 2011). O óxido de potássio, presente nos dois materiais, decompõe-se facilmente a 350 °C e evapora-se a 759 °C (PTABLE, 2011). Quando estes elementos são submetidos a temperaturas elevadas, ocorre uma grande perda de massa por evaporação, provocando essa variação.

O gráfico da Figura 19 mostra o aumento da variação mássica com a adição dos resíduos do carvão mineral.

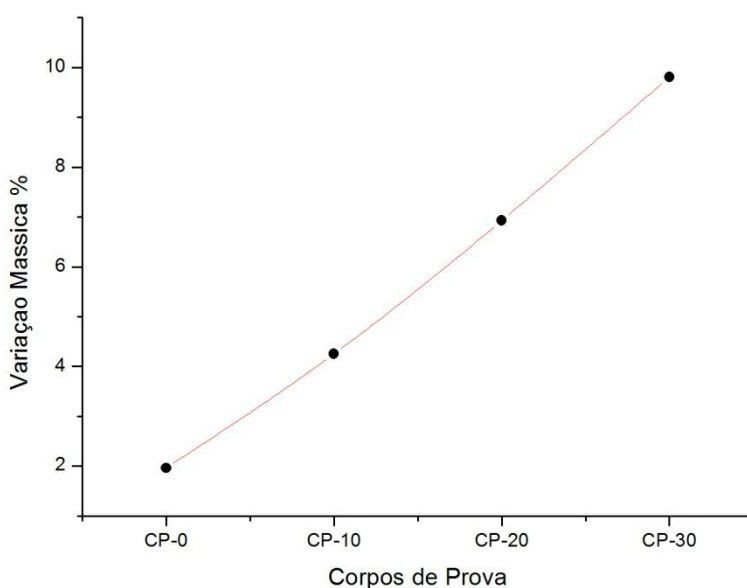


Figura 19 - Aumento da variação mássica com a adição dos resíduos do carvão mineral.

4.2.2 Retração Linear

A Tabela 3 mostra os resultados da retração linear para CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30 em função da média dos diâmetros d_0 e d_f das 10 peças de cada composição sinterizadas a 1.170 °C. Os resultados estão expressos em porcentagem, calculados de acordo com a fórmula (4).

Tabela 4 - Retração Linear das peças CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.

Amostras	Média d_0 (mm)	Média d_f (mm)	Retração (%)
CP-0	18,90	17,07	9,69
CP-10	18,90	16,96	10,96
CP-20	18,90	16,73	11,49
CP-30	18,90	16,52	12,57

A média d_0 (diâmetro a verde) de todas as peças, independente de sua composição, é a mesma, pois todas foram compactadas no mesmo molde, obtendo assim, um diâmetro padrão de 18,90mm, como podemos observar na Tabela 3.

O gráfico da Figura 20 mostra o aumento da retração linear com a adição dos resíduos do carvão mineral.

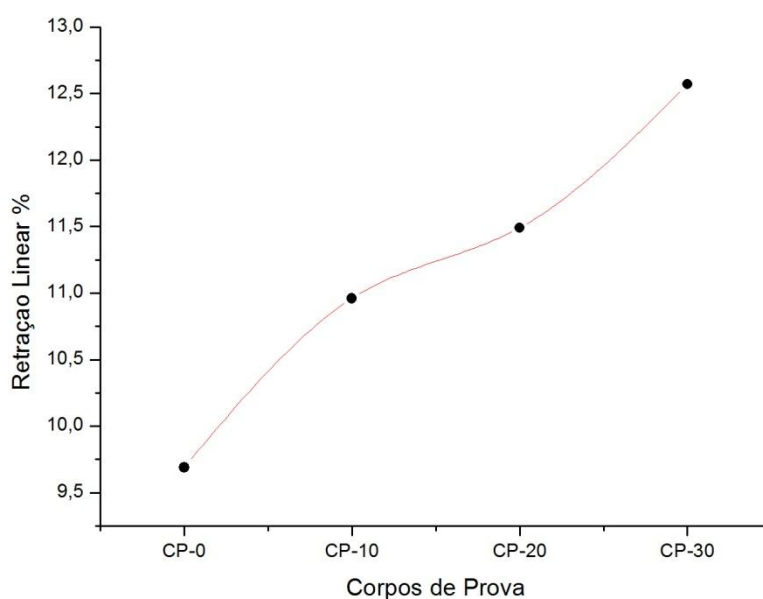


Figura 20 - Aumento da retração linear com a adição dos resíduos do carvão mineral.

Foi verificado que, à medida que aumentou a concentração dos resíduos do carvão em relação à matriz-cerâmica de granito, houve uma maior retração linear. Uma explicação para isto é que, os resíduos do carvão mineral e o granito possuem elementos de baixo ponto de ebulição, os quais, quando

submetidos a temperaturas elevadas, são evaporados, assim como na variação mássica.

Com isso, a fase vítrea líquida tende a preencher o volume dos poros deixados por esses elementos evaporados, provocando assim uma retração tridimensional da peça, reduzindo o volume, a porosidade e aumentando a densidade relativa da peça sinterizada.

4.3. Determinação das Propriedades Mecânicas

4.3.1 Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado nos corpos de prova CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30 sinterizados a 1.170 °C. A Tabela 4 mostra o resultado da média das microdurezas das amostras para cada composição, expressos em HV.

Tabela 5 - Resultado da Microdureza Vickers das peças CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30.

Amostras	CP-0	CP-10	CP-20	CP-30
Microdureza Vickers (HV)	760,20	793,00	874,40	940,20
Desvio Padrão (HV)	43,14	65,30	82,60	68,98
Coefficiente de Variação %	5,67	8,23	9,45	7,44

Analisando os dados da Tabela 4, pode-se verificar que, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-cerâmica de granito, ocorreu um aumento da microdureza Vickers (HV).

As peças CP-0, ou seja, sem nenhuma adição dos resíduos do carvão mineral, apresentaram uma microdureza Vickers com média de 760,20HV e desvio padrão de 43,14HV. As peças CP-10, com 10%p de resíduos do carvão mineral, apresentaram um aumento da dureza de aproximadamente 4,3% em relação aos resultados obtidos com CP-0, com média de 793HV e desvio padrão de 65,30HV. As peças CP-20, com 20%p de resíduos do carvão

mineral, também apresentaram um aumento da dureza de 15% em relação aos resultados obtidos com CP-0, com média de 874,40HV e desvio padrão de 82,60HV. As CP-30 também aumentaram suas durezas. Com média de 940,20HV e desvio padrão de 68,98HV, as peças com 30%p de resíduos do carvão mineral aumentaram 23,7% sua dureza em relação aos resultados obtidos com CP-0.

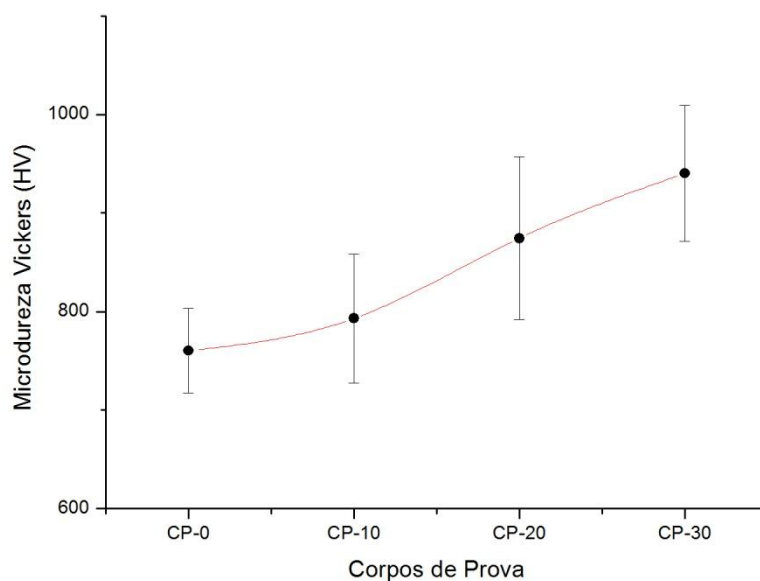


Figura 21 – Microdureza Vickers das peças sinterizadas com a adição dos resíduos do carvão mineral com seus respectivos desvios padrões.

Como podemos observar no gráfico da Figura 21, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão em relação à matriz-cerâmica de granito, houve um aumento na dureza das peças, melhorando essa propriedade.

4.3.2 Compressão Diametral

O teste de compressão diametral para determinação da resistência à tração das peças foi realizado nos corpos de prova CP-0, CP-10, CP-20 e CP-30 sinterizados a 1.170 °C. A Tabela 5 mostra os resultados da média, do desvio padrão e do coeficiente de variação das resistências à tração para cada composição, expressas em MPa calculadas a partir da equação (2).

Tabela 6 - Resultado da média amostral da resistência à tração, desvio padrão e coeficiente de variação dos corpos de prova.

Amostras	L/d	Resistência à Tração (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação (%)
CP-0	0,47	17,96	8,16	45,42
CP-10	0,47	19,76	7,25	36,68
CP-20	0,48	22,69	5,60	24,67
CP-30	0,47	28,33	10,46	36,91

Nota-se que a média da razão L/d de todas as peças ficaram dentro do intervalo proposto por Stanley (2001), com L/d entre 0,2 e 0,5.

O gráfico da Figura 22 mostra o comportamento da resistência à tração das peças sinterizadas com a adição dos resíduos do carvão mineral, com seus respectivos desvios padrões baseados nos dados da Tabela 5.

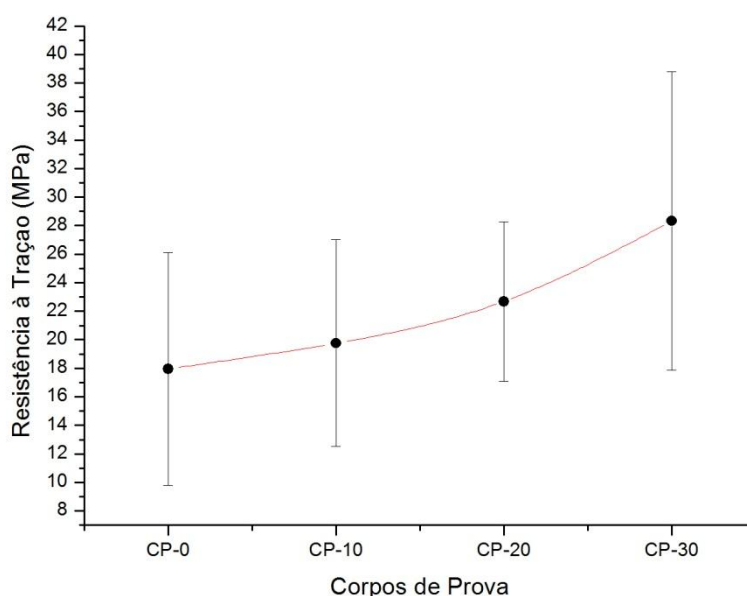


Figura 22 - Resistência à tração das peças sinterizadas com a adição dos resíduos do carvão mineral com seus respectivos desvios padrões.

Como podemos observar no gráfico da Figura 22, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-

cerâmica de granito, houve um ganho de resistência à tração das peças, melhorando essa propriedade mecânica. O aumento da resistência à tração das peças já era esperado, pois a dureza das peças também aumentou com a adição dos resíduos à matriz-cerâmica.

As peças CP-0, ou seja, sem nenhuma adição dos resíduos do carvão mineral, apresentaram resistência à tração com média de 17,96MPa e com desvio padrão de 8,16MPa. Já as peças CP-10, com 10%p de resíduos do carvão mineral, apresentaram um aumento da resistência à tração de aproximadamente 10% em relação aos resultados obtidos com CP-0, com média de 19,76MPa e com desvio padrão de 7,25MPa. Foi observado também aumento da resistência à tração nas outras composições (CP-20 e CP-30), sendo CP-30 a mais significativa, com resistência média de 28,33MPa e com desvio padrão de 10,46MPa, equivalente a um ganho aproximado de 58% de resistência em relação aos resultados obtidos com CP-0.

Como citado nas referências de bibliografia, uma das características do sucesso do ensaio seria a visualização da fratura no plano vertical de simetria do disco, ou seja, no plano diametral da peça. Ao término do ensaio, todas as peças fraturaram verticalmente, ou seja, no plano diametral de simetria da peça, como podemos observar na Figura 23.

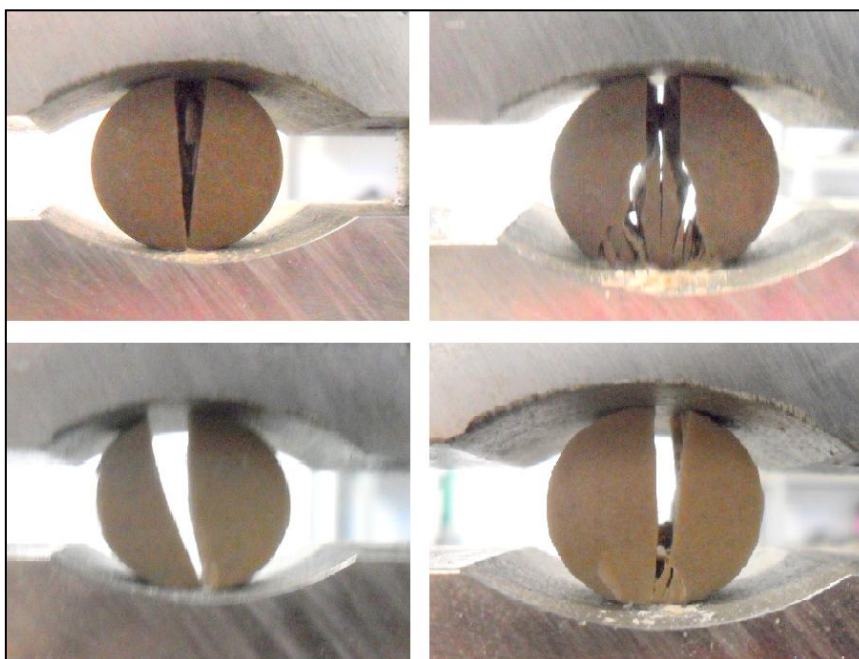


Figura 23 - Amostras fraturadas no plano diametral após o ensaio de compressão diametral (*Brazilian Test*).

Em geral, os materiais cerâmicos possuem uma grande variação de suas propriedades devido à dificuldade de se manter um padrão em sua estrutura, principalmente quando o assunto é porosidade. Isso é uma explicação ao elevado desvio padrão apresentado após o ensaio de compressão diametral. Porém, apesar de apresentar um grande intervalo de resistência, a média amostral dos valores de cada composição mostrou uma tendência de ganho de resistência das peças sinterizadas à medida que se adicionou resíduos da combustão do carvão mineral à matriz de granito.

Uma possível utilização deste compósito cerâmico seria para fabricação de pisos ou peças ornamentais de granito, utilizadas em sua maioria na indústria da construção civil. O aumento da resistência à tração das peças é um resultado importante, pois, mostra um ganho significativo de resistência à fratura das peças quando as mesmas forem submetidas a esforços de compressão.

Ainda observando a Tabela 5, nota-se que todos os coeficientes de variação apresentaram um valor menor que 50%, mostrando que os valores das resistências à tração encontrados são homogêneos e que a média das resistências para cada composição é representativa.

5. CONCLUSÕES

Após a realização deste estudo, que teve por objetivo mostrar a viabilidade do uso dos resíduos do granito Asas Branca como matriz-cerâmica e dos resíduos da combustão do carvão mineral como fase-reforço, utilizando ensaios químicos, físicos e mecânicos, conclui-se que:

- Através do ensaio de fluorescência de raios-x, verificou-se que os principais componentes do granito Asa Branca são: silício, alumínio, potássio e cálcio. Esses componentes garantiram um ponto de fusão em temperaturas mais baixas ($<1.200\text{ }^{\circ}\text{C}$), o que implica em um menor custo energético. Na fluorescência dos produtos da combustão do carvão mineral, verificou-se que os principais componentes são: silício, cálcio, alumínio e enxofre. O Si, o Ca e o Al caracterizam os resíduos do carvão mineral como uma matéria-prima adequada para fabricação de peças cerâmicas, e o alto teor de enxofre (aproximadamente 9%) confirmou a preocupação que tem que ser dada a esses resíduos.
- O teste de variação mássica mostrou que, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-cerâmica de granito, houve uma maior variação mássica, sendo a menor variação nas peças CP-0, com 1,96%, e a maior nas peças CP-30, com 9,81%.
- O teste de retração linear também mostrou que, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-cerâmica de granito, ocorreu uma maior retração, sendo a menor retração nas peças CP-0, com 9,69%, e a maior nas peças CP-30, com 12,57%.
- No ensaio de microdureza Vickers, pôde-se verificar que, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-cerâmica de granito, ocorreu um aumento da média amostral da

microdureza Vickers (HV). As peças CP-0 apresentaram a menor dureza, com média de 760,20HV. Já as CP-30 apresentaram a maior dureza, com média de 940,20HV, aumentando em 23,7% sua dureza em relação aos resultados obtidos com CP-0.

- No ensaio mecânico de compressão diametral, pôde-se verificar que, à medida que se aumentou a concentração dos resíduos do carvão mineral em relação à matriz-cerâmica de granito, ocorreu um aumento na da média amostral da resistência à tração das peças cilíndricas. As peças CP-0 apresentaram a menor resistência, com média de 17,96MPa. Já as CP-30 apresentaram a maior resistência à tração, com média de 28,33MPa, equivalente a um ganho aproximado de 58% de resistência em relação aos resultados obtidos com CP-0.
- Conclui-se também que o molde metálico, confeccionado especialmente para realização do ensaio de compressão diametral, mostrou-se bastante eficiente durante a execução, já que todas as amostras fraturaram conforme o esperado (no plano diametral da peça).

Analisando todos os resultados, conclui-se que os objetivos propostos foram atingidos, pois a utilização dos resíduos da combustão do carvão mineral como fase-reforço no granito Asa Branca mostrou-se bastante viável, com significativos ganhos em sua resistência e em sua dureza, na composição de até 30% em peso de resíduos do carvão mineral para fabricação de peças de compósitos de matriz-cerâmica.

A utilização dos resíduos da combustão do carvão mineral como fase-reforço na matriz-cerâmica de granito poderá trazer inúmeras vantagens ao meio ambiente, às indústrias beneficiadoras e às de transformação.

Sugestões para trabalhos futuros:

- Confeccionar corpos de prova com maiores concentrações de fase-reforço (>30%p).
- Analisar a composição química das peças (fluorescência de raio-x) após a sinterização.
- Verificar a influência da granulometria nas propriedades físicas e mecânicas das peças.
- Determinar a absorção de água, de porosidade aparente e de massa específica aparente dos corpos de prova nas diversas composições.
- Realizar o ensaio de flexão nos corpos de prova na forma de barras, e comparar o resultado obtido com os da compressão diametral.
- Determinar o K_{Ic} das peças através do ensaio de tenacidade à fratura em deformação plana.
- Utilizar outro tipo de ensaio de dureza (p. ex. microdureza Knoop) para facilitar a obtenção dos resultados.
- Analisar a evolução dos gases durante o processo, visando identificar possíveis liberações de enxofre.
- Realizar estudos de lixiviação para detectar alguma liberação de enxofre.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM E384 – 99, *Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*.1999.

BARRY & NORTON, CARTER C. BARRY & NORTON M. GRANT – *Ceramic Materials / Science and Engineering*: Springer, 2007.

BREY, R. M. BREY T. – Aproveitamento de resíduos industriais para a biofiltração do sulfeto de hidrogênio. Dissertação Apresentada à Universidade Federal do Paraná. 2004.

CALLISTER, W. D. CALLISTER, JR. – *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*, 7ª edição. Tradução: Sérgio Murilo Stamile Soares – Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CANAL CIÊNCIA, 1991. Entrevista ao Prof. Lobo Carneiro concedida a Luiz Bevilacqua (Coordenação de Programas de Pós-graduação em Engenharia, UFRJ), Ildeu de Castro Moreira (Instituto de Física, UFRJ) e Alicia Ivanissevich (Ciência Hoje). Disponível em: http://www.canalciencia.ibict.br/notaveis/livros/fernando_lobo_carneiro_48.htm. Acesso em: 23/09/2011.

CLAESSON & BOHLOLI, J. CLAESSON, B. BOHLOLI – Brazilian test: stress field and tensile strength of anisotropic rocks using an analytical solution. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*. 2002.

GRANTHAM & FIELD, S G GRANTHAM, C R SIVIOUR, W G PROUD AND J E FIELD – High-strain rate Brazilian testing of an explosive simulant using speckle metrology. Institute of Physics Publishing. Cavendish Laboratory, Madingley Road, Cambridge, CB3 0HE, UK, 2004.

KLEISON, P. F. – Notas de aula: Probabilidade e Estatística – Notas de aula 7: Estatística descritiva. 2011. Disponível em: <http://pt.scribd.com/doc/72783863/Nota-de-aula-7-Estatistica-Descritiva>. Acesso em 02/10/2011.

LABVIRTUAL, LABORATÓRIO DE PROCESSOS QUÍMICOS. Disponível em: http://labvirtual.eq.uc.pt/siteJoomla/index.php?Itemid=382&id=217&option=com_content&task=view. Acesso em: 12/10/2011.

LOBO, C. J. S. – Estudo sobre a utilização do rejeito granito Rosa Iracema como matéria-prima na fabricação de funis de saída da fiação a rotor na indústria têxtil. Dissertação apresentada à Universidade Federal do Ceará. 2009.

MAHABADI & GRASSELLI, O. K. MAHABADI, G. GRASSELLI – Numerical modelling of a Brazilian Disc test of layered rocks using the combined finite-discrete element method. University of Toronto, Canada. 2009.

MORENTTIN, BUSSAB, W. O. – Estatística Básica. São Paulo: Atual, 2002.

NBR 7222:2010 - Argamassa e concreto - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. Comitê: ABNT/CB-18 Cimento, Concreto e Agregados.

PEREIRA, J. P. GONÇALVES. – Utilização do resíduo de corte de granito (RCG) como adição para produção de concretos. Dissertação Apresentada à Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2000.

PINHEIRO, H. DE SOUZA. – Processamento e caracterização de peças cerâmicas obtidas a partir do resíduo do granito Asa Branca com adição de produtos da combustão do carvão mineral. Dissertação Apresentada à Universidade Federal do Ceará. 2010.

PITTET & LEMAÎTRE, C. PITTET, J. LEMAÎTRE – Mechanical Characterization of Brushite Cements: A Mohr Circles Approach. Laboratoire de Technologie des Poudres, Swiss Federal Institute of Technology. 2000.

PLANETA COPPE, 2001. Disponível em:
<http://www.planeta.coppe.ufrj.br/artigo.php?artigo=367>. Acesso em:
16/09/2011.

PTABLE, TABELA PERIÓDITA DINÂMICA, 2011. Disponível em:
<http://www.ptable.com/?lang=pt>. Acesso em: 12/10/2011.

REDETEC, REDE DE TECNOLOGIA E INOVAÇÃO DO RIO DE JANEIRO, 2011. Disponível em: <http://www.redetec.org.br/inventabrasil/carneiro.htm>. Acesso em: 22/09/2011.

SANTOS, R. P. dos. – Preparação e caracterização de cerâmicas de cinzas de carvão mineral. 2003. 113f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Curso de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal do Ceará, Ceará.

STANLEY, PETER – Mechanical strength testing of compacted powders. The Manchester School of Engineering, Simon Building, University of Manchester, Oxford Road, Manchester M13 9PL, UK. 2001.

THOMAZ, EDUARDO C. S. THOMAZ – Notas de aula: Ensaio de compressão diametral. Disponível em:
www.ime.eb.br/~webde2/prof/ethomaz/comp_diametral.pdf. Acesso em:
26/09/2011.

TRIOLA, M. F – Introdução à Estatística. Rio de Janeiro: LTC, 8ª edição 1999.

WALSRI & FUENKAJORN, C. WALSRI, K.FUENKAJORN – Transition from compressive to tensile strengths of intact rocks. University of Technology, Thailand. 2011.