



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

EULER WAGNER FREITAS SANTOS

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE INTEGRIDADE ESTRUTURAL DE
CONCRETOS PÓS-FOGO EM DIFERENTES IDADES E TEMPERATURAS

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL

MAIO de 2023

EULER WAGNER FREITAS SANTOS

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE INTEGRIDADE ESTRUTURAL DE
CONCRETOS PÓS-FOGO EM DIFERENTES IDADES E TEMPERATURAS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

ORIENTADOR: PROF. DR. SANDRO GRIZA

CO-ORIENTADOR: PROF. DR. CARLOS OTÁVIO DAMAS MARTINS

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL

MAIO DE 2023

**“CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE
INTEGRIDADE ESTRUTURAL DE CONCRETOS PÓS-FOGO EM
DIFERENTES IDADES E TEMPERATURAS”**

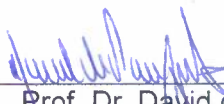
Euler Wagner Freitas Santos

Tese submetida ao corpo docente do PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS da Universidade Federal de Sergipe como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de DOUTOR em CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

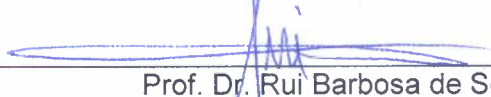
Aprovada por:



Prof. Dr. Sandro Griza



Prof. Dr. David de Paiva Gomes Neto



Prof. Dr. Rui Barbosa de Souza



Profa. Dra. Iara de Fátima Gimenez



Profa. Dra. Rosane Maria Pessoa Betanio Oliveira

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL.

Maio/2023

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

Santos, Euler Wagner Freitas
S237c Caracterização microestrutural e análise de integridade estrutural de concretos pós-fogo em diferentes idades e temperaturas / Euler Wagner Freitas Santos ; orientador Sandro Griza. - São Cristóvão, 2023.
120 f. : il.

Tese (doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Sergipe, 2023.

1. Análise estrutural (engenharia). 2. Microestrutura. 3. Concreto. 4. Fogo. I. Griza, Sandro, Orient. II. Título.

CDU 66.017

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a meus pais, à minha esposa, ao meu filho, a meus alunos e à minha saudosa tia-mãe, Vera Lúcia. Se consegui superar tantos desafios foi com vocês e por vocês!

**“Nada te perturbe, Nada te espante,
Tudo passa, Deus não muda,
A paciência tudo alcança;
Quem a Deus tem, Nada lhe falta:
Só Deus basta.”**

Santa Tereza D`Ávila

AGRADECIMENTOS

A Deus, em meio a algumas “nebulosidades” no processo, sempre foi possível perceber sua presença em fatos singelos, mas decisivos, que abriram caminhos e me deram luz!

Aos meus pais, Edson Santos e Terezinha Santos, pelas orações incessantes, que trouxeram muito do que precisei para vencer mais essa etapa de minha vida. Agradeço à Deus pela graça de permanecerem sendo alicerces principais de minha passagem nesse mundo!

À minha esposa, Michelline Freitas, por simplesmente ter iniciado, compartilhado dificuldades e conquistas, e ter vencido comigo! Não conseguiria sem você! Você me fez “renascer das cinzas” quando pensei que não deveria mais seguir! Só nós dois, além de Pedro e Pituquinho, sabemos o que foi chegar até aqui em meio a uma pandemia! Te amo!

Ao meu amado filho, Pedro Lucas, que com apenas quatro anos de idade teve que viver momentos tensos decorrentes da pandemia, e conviver com seus pais envolvidos em doutorado. Te amo, meu filho! Muito de tudo isso foi por você! És uma grande fonte de inspiração, motivação e coragem!

À minha tia-mãe Vera Lúcia (*in memoriam*). Uma perda inesperada e recente, e que me deixa de coração apertado escrevendo estas palavras, até por não acreditar que muito rapidamente nos deixou! Muito do que sou e tenho devo a senhora!

Aos meus irmãos, Elder Magno e Emanuel Vitor, pelo companheirismo e carinho!

Aos meus saudosos avôs João Santana e Maria da Glória, pelo amor sempre devotado a esse neto! Em vida jamais deixaram de rogar à Deus para que me abençoasse. Tenho certeza que até hoje os “Deus abençoe!” de vocês fazem muito efeito em minha vida!

À minha avó Nequinha, com 96 anos de idade, uma velhinha inteligente, e firme no que quer! Obrigado pelas orações e pelo amor sempre dedicado!

Ao meu sogro e à minha sogra, pelas orações e auxílios valiosos nos momentos que precisamos estar ausentes. Incluo aí, por extensão, meus cunhados (as) e concunhados (as).

À minha amiga-irmã, Kelly Cristina, sempre presente e torcendo por mim!

Aos demais familiares, que de algum modo contribuíram nessa caminhada.

Aos amigos do IFS, especialmente aqueles que considero terem avançado além de suas atribuições profissionais para contribuir na conclusão dessa jornada, em especial Elber Gama, Francisco Gumes, Danillo Viana e Luiz Alberto.

À reitora do IFS, professora Ruth Sales, pela colaboração em relação a jornada de disponibilidade requerida pelo P²CEM.

Aos amigos do Luzes e do grupo “Sabedoria e Conhecimento”, pelos momentos de descontração que contribuíram para alívio de tensões ao longo desse processo!

Ao professor Dr. Sandro Griza, pela orientação, ensinamentos, seriedade, rigor científico, disponibilidade, motivação em momentos mais difíceis e por ir além do âmbito acadêmico enquanto orientador. O senhor é um pesquisador de grande humanidade! Foi fundamental para minha vida nesses últimos quatro anos!

Ao professor Dr. Carlos Otávio Damas Martins, meu co-orientador. O início disso tudo foi também por motivação e despertar do senhor para a necessidade de diálogo entre essas duas áreas da engenharia tão importantes para a sociedade: Engenharia Civil e Engenharia de Materiais. Obrigado pelos ensinamentos, orientações e apoios logísticos sem os quais não atingiríamos algum resultado!

À Débora de Almeida Nunes, formamos sim uma ótima equipe de trabalho! A sua presença na pesquisa me fez reviver as dificuldades do meu mestrado (na COPPE-UFRJ), finalizado em 2006, e ao mesmo tempo me motivou a persistir e a acreditar na relevância deste estudo. Obrigado por tudo!

Aos professores, técnicos-administrativos (especialmente ao Edinaldo Cavalcante da Silva e a Gleidianny de Santana Moraes) e demais colaboradores do P2CEM. Destaco os professores Eduardo Kirinus Tentardini, Iara de Fátima Gimenez, Marcelo Ueki, Wilton Walter Batista e Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira.

Aos colegas pós-graduandos, Francirley, Breno, Gustavo, Thácylla, João Carregosa, Iris, Larissa e Thais, pelos auxílios e pelas partilhas de aprendizados.

À Lucas Fontes, Joana e Kelliany, pelas colaborações ao longo do programa experimental.

À Mário Rodrigues, pela amizade e atenção dispensadas nos ensaios com o DRX.

Ao NUPEG, especialmente a professora Dr^a. Eliana Midori Sussuchi, M.Sc. Michael Douglas S. Monteiro e ao Dr. Cochiran P. dos Santos, pela fundamental parceria nos ensaios com o uso do MEV e do espectroscópio Raman.

Ao SENAI-SE e ao DEC-UFS, pela disponibilidade das máquinas de ensaios mecânicos utilizadas na ruptura de corpos de prova de concreto.

À Supermix Concreto S.A, pelo fornecimento dos insumos utilizados na mistura dos concretos.

À Beton Engenharia Ltda, por disponibilizar os moldes cilíndricos utilizados na moldagem dos corpos de prova.

À cerâmica Bloco Bom (situada em Itabaina-SE), pela disponibilidade do forno destinado à queima dos corpos de prova, em especial ao engenheiro Caio M. Santos e aos seus colaboradores, que nos assessorou no processo de queima.

Ao IFS, pela disponibilização dos laboratórios para realização dos ensaios de caracterização dos insumos, ensaios com o ultrassom e alguns ensaios mecânicos, especialmente aos servidores da coordenação dos laboratórios de edificações –COLED.

Ao IFS, por disponibilizar aos seus servidores a oportunidade de qualificação a partir de vagas institucionais.

Ao Programa de Ciência e Engenharia de Materiais-P²CEM da UFS. Os aprendizados obtidos farão muita diferença no meu exercício profissional!

E às demais pessoas que colaboraram para a realização deste trabalho, muitas delas sem nem me conhecer, meus sinceros agradecimentos!

Resumo da tese apresentada ao P2CEM/UFS como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais (D.Sc.).

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE INTEGRIDADE ESTRUTURAL DE CONCRETOS PÓS-FOGO EM DIFERENTES IDADES E TEMPERATURAS

Euler Wagner Freitas Santos

Maio/2023

Orientador: Dr. Sandro Griza

Co-orientador: Dr. Carlos Otávio Damas Martins

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

O Concreto é o material mais utilizado mundialmente em estruturas de construções. Apesar de ter elevada resistência ao fogo, a estabilidade estrutural das edificações de concreto armado pode ser muito comprometida devido à perda de integridade do concreto por exposição ao calor decorrente de sinistros de incêndio. Os constituintes desse compósito sofrem transformações físico-químicas com o calor, influenciando diretamente na sua resistência mecânica. Após um evento de incêndio, é primordial uma adequada avaliação da integridade de estruturas de concreto armado, indo além do emprego exclusivo da inspeção visual, e buscando-se rastrear as mudanças na microestrutura do concreto que impactam nas suas propriedades mecânicas. Sendo assim, este estudo buscou investigar o nível de degradação de concretos de duas classes de resistências usuais em estruturas (C25 e C40), após submetidos a aquecimentos em três níveis de temperaturas (200 °C, 450 °C e 800 °C) para simulação de incêndios, em duas idades (100 dias e 720 dias). Corpos de prova cilíndricos foram submetidos a ensaios de ultrassom, e, posteriormente, rompidos à compressão axial. Amostras de concreto da seção de fratura foram submetidas a análises químicas por espectroscopia Raman e difratometria de raios (DRX), e ainda estudos morfológicos com o microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os resultados do MEV, Raman e DRX revelaram eficientemente o estado de degradação do concreto (por transformações de fases, formação de poros e fissuras), sendo compatíveis com as reduções de velocidade de pulso ultrassônico (VPU) e da resistência à compressão com o aumento da temperatura. Essas degradações, por sua vez, não variaram com a idade de secagem e com a classe de resistência desse compósito.

Palavras-chaves: Análise de integridade; caracterização microestrutural; concreto; fogo.

Abstract of Thesis presented to P2CEM/UFS as a partial fulfillment of the requirements for the doctor degree in Materials Science and Engineering (D.Sc.).

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION AND STRUCTURAL INTEGRITY ANALYSIS
OF POST-FIRE CONCRETES AT DIFFERENT AGES AND TEMPERATURES

Euler Wagner Freitas Santos

Maio/2023

Advisor: Dr. Sandro Griza

Co-Advisor: Dr. Carlos Otávio Damas Martins

Department: Materials Science and Engineering

Concrete is the most widely used material in building structures worldwide. Despite having high fire resistance, the structural stability of reinforced concrete buildings can be greatly compromised due to the loss of concrete integrity due to heat exposure resulting from fire accidents. The constituents of concrete have physical-chemical transformations with heat, directly influencing their mechanical strength. After a fire event, an adequate assessment of the integrity of concrete structures is essential, going beyond the exclusive use of visual inspection, and seeking to track the changes in the microstructure of the concrete that impact its mechanical properties. This study investigated the level of degradation of concretes of two classes of usual strengths in structures (C25 and C40), after being subjected to heating at three temperature levels (200 °C, 450 °C and 800 °C) for fire simulation, in two ages (100 days and 720 days). Cylindrical specimens were subjected to ultrasound tests, and subsequently ruptured under axial compression. Concrete samples from the fracture section were subjected to chemical analysis by Raman spectroscopy and x-ray diffraction (XRD), and morphological studies with scanning electron microscope (SEM). The results of SEM, Raman and XRD efficiently revealed the state of degradation of the concrete (by phase transformations, formation of pores and cracks), being compatible with the reductions of VPU and compressive strength with increasing temperature. These degradations, in turn, did not vary with the drying age and the strength class of the concrete.

Keywords: Integrity analysis; microstructural characterization; concrete; fire.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Ponte de concreto armado projetada e construída por Monier, em 1875 [2].	21
Figura 2 - Sistema com nós hiperestáticos de Hennebique [2].	22
Figura 3 - Detalhes de vigas de Hennebique, com estribos em U [34].	22
Figura 4 - Micrografia de agulhas de etringita (a) [1] e cristais hexagonais de Portlandita (b) [5].	24
Figura 5 - Morfologia por MEV de C-S-H fibrilar [8].	25
Figura 6 - Modelo do C-S-H: (1) Powers; (2) Feldman e Sereda [5].	25
Figura 7 - Modelo do C-S-H: (3) Wittmann; (4) Jennings (adaptado de Paulon e Kirchheim [5]).	26
Figura 8 - Modelo de estrutura do C-S-H formada por várias cadeias de Dreiekette (adaptado de Richardson [41]).	27
Figura 9 - Modelo de estrutura do C-S-H formado por duas cadeias de Dreiekette com moléculas de água entre elas [41,42].	27
Figura 10 - Modelo esquemático dos tipos de água associados aos silicatos de cálcio hidratados [1].	29
Figura 11 - Representação da zona de transição e da matriz pasta de cimento no concreto (adaptado de Mehta e Monteiro [1]).	30
Figura 12 - Micrografia de cristais de Portlandita na zona de transição (adaptado de Mehta e Monteiro [1]).	30
Figura 13 - Incompatibilidade térmica entre agregados e pasta de cimento hidratada [24].	31
Figura 14 - Tetraedro de fogo (adaptado de Britez e Costa [3]).	32
Figura 15 - Fluxo de calor radiante [17].	34
Figura 16 - Fluxo de calor convectivo [17].	34
Figura 17 - Estágios de um incêndio real (adaptado de Costa e Silva [48]).	36
Figura 18 - Ilustração de curva de evolução do incêndio celulósico (Adaptado de Seito <i>et al.</i> [28]).	37
Figura 19 - Curvas de incêndio-padrão [3,30].	38
Figura 20 - Curvas de incêndio-padrão x curva real [48].	38
Figura 21 - Ilustração das razões do pipocamento do concreto: (a) pipocamento mecânico, (b) pipocamento hidráulico [29].	39
Figura 22 - Ilustração do processo físico-químico do concreto em situação de incêndio (Adaptado de Britez e Costa [3]).	41
Figura 23 - Ilustração contendo diferença na propagação ultrassônica com e sem trinca: (a) propagação de ondas no interior do concreto sem fissura; (b) Propagação de ondas dentro do concreto com rachadura (adaptado de Chun <i>et al.</i> [58]).	43
Figura 24 - Caso de ensaio de ultrassom em protótipo de viga [58].	44
Figura 25 - Posicionamento dos transdutores: Transmissão direta (a), indireta (b) e semidireta (c).	45
Figura 26 - Caso de transmissão direta em ensaio de ultrassom de corpos de prova de concreto do presente estudo.	45
Figura 27 - Caso de transmissão indireta em ensaio de ultrassom no fundo de uma laje [58].	45
Figura 28 - Ilustração da interação de laser incidente com uma molécula e Espectro Raman correspondente (a); Ilustração da intensidade de espalhamentos dos fótons Stokes, Rayleigh e Anti-stokes (a) (adaptado de EDINBURGH INSTRUMENTS [61]).	47
Figura 29 - Espectros Raman de amostras de Concreto de Kerr <i>et al.</i> [20] após aquecidas nas temperaturas de teste (Adaptado de Kerr <i>et al.</i> [20]).	48
Figura 30 - Ilustrações de interações destrutivas (a) e construtivas (b) entre os raios X e o material cristalino [62].	50
Figura 31 - Difractogramas de raios X de amostras de concreto do estudo de Vetter <i>et al.</i> [18], após exposição as temperaturas de 550°, 700°, 50° e 950° (adaptado de Vetter <i>et al.</i> [18]).	51

Figura 32 - Microestrutura de uma pasta de cimento hidratada por micrografia eletrônica: a) micrografia de região densa e altamente porosa (ampliação de 200x), b) micrografia de agulhas de etringita (2000x) e c) micrografia de agulhas de etringita (5000x) [1].	53
Figura 33 - Princípio de funcionamento do MEV (adaptado de Dal Molin [62]).	54
Figura 34 - Caso de imagem em MEV (a) e espectro EDS de amostra de concreto (b) [62].	55
Figura 35 - Sequência das etapas e dos ensaios da pesquisa.	63
Figura 36 - Insumos separados e pesados (a) para mistura na betoneira de 400 litros (b).	66
Figura 37 - Concretos após lançamento nos moldes cilíndricos.	66
Figura 38 - Corpos de prova cilíndricos, e prismáticos de um estudo correlato [72], em tanque para cura úmida por imersão.	67
Figura 39 - Corpos de prova em secagem na temperatura ambiente até a idade de exposição ao fogo.	67
Figura 40 - Forno de indústria cerâmica utilizado no aquecimento dos corpos de prova: janela de acesso na porta do forno, criada para colocação dos corpos de prova.	70
Figura 41 - Forno de indústria cerâmica utilizado no aquecimento dos corpos de prova: Janela de abertura superior do compartimento de queima usada para monitoramento de temperatura (a) e (b); Termografia medindo a variação de temperatura no interior do forno e na superfície de um corpo de prova (c).	70
Figura 42 - Termôgrafo e pirômetro usados para medição de temperatura (a); medição de temperatura em um corpo de prova dentro do forno após abertura da janela para sua remoção (b).	70
Figura 43 - Corpos de prova resfriando após saída do forno (a) com monitoramento de temperatura por termôgrafo (b).	71
Figura 44 - Medição de comprimento dos corpos de prova por paquímetro (a); corpos de prova durante medição de VPU em posições diferentes da seção (b), (c) e (d).	72
Figura 45 - Componentes do equipamento de ultrassom utilizado nas medições de VPU [75].	73
Figura 46 - Procedimento de calibragem do equipamento: no aparelho (a) [75] e pelo programa <i>Punditlink</i> (b).	73
Figura 47 - Tela do programa <i>Punditlink</i> na medição de VPU em um corpo de prova.	74
Figura 48 - Corpo de prova durante ensaio de compressão axial (a); corpo de prova rompido após ensaio de resistência à compressão axial (b).	75
Figura 49 - Superfície de fratura de um corpo de prova rompido (a) e amostras para ensaios de caracterização microestrutural (b).	75
Figura 50 - Metalização das amostras para análise morfológica no MEV (a) e (b); amostras metalizadas posicionadas no porta amostras do MEV (c).	76
Figura 51 - Amostras no porta-amostras do MEV para análise morfológica (a); Imagem de amostra sendo analisada no MEV (b).	76
Figura 52 - Curvas de Ongah <i>et al.</i> (2002) [73]- Distribuição de temperatura em função da distância da superfície exposta ao fogo e do tempo de exposição ao fogo [3].	77
Figura 53 - Amostra no porta-amostras para uso no espectroscópico Raman (a); imagem de amostra posicionada sob feixe de laser incidente (b).	79
Figura 54 - Amostras em pó (almofariz e pistilo) na peneira #100 (a); Amostras no porta-amostras para uso difratômetro de raios X (b).	80
Figura 55 - Amostra no difratômetro de raios X.	81
Figura 56 - Coeficientes de redução da VPU ($KV\theta$) com a temperatura.	87
Figura 57 - Coeficiente de redução da resistência à compressão axial com a temperatura ($KC\theta$).	93
Figura 58 - Curvas de correlação $KC\theta$ versus $KV\theta$, para C25 e C40, em 100 e 720 dias.	94
Figura 59 - Micrografia de amostra do concreto (classe C25) não aquecido: a) micrografia com ampliação de 5000x, b) micrografia com ampliação de 20000x.	96
Figura 60 - Micrografia com ênfase ao C-S-H de amostra de concreto de referência (não aquecido) - classe 40.	96

Figura 61 - Micrografia de amostra do concreto aquecida a temperatura de 200°C (100 dias) - classe C25.....	97
Figura 62 - Micrografia de amostra do concreto aquecida a temperatura de 200°C (720 dias), classe C40.....	97
Figura 63 - Micrografia de amostra do concreto aquecida a temperatura de 450°C (100 dias), classe C25.....	98
Figura 64 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 450°C (100 dias), classe C40.....	98
Figura 65 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 450°C (720 dias), classe C25.....	99
Figura 66 - Micrografias de amostras do concreto aquecidas à temperatura de 800°C (100 dias), classe C40: (a) agregado com fratura e fissura na interface pasta-agregado e (b) micrografia de maior ampliação- amostra com macroporos e ausência de estruturas de C-S-H e CH.....	100
Figura 67 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 800°C (720 dias), classe C25-ampliação de 3000x.....	101
Figura 68 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 800°C (720 dias), classe C40 - ampliação de 2000x.....	101
Figura 69 - Micrografias de amostras do concreto aquecidas à temperatura de 800°C: (a) agregados de quartzo fraturados de Batagin e Silveira [6]; (b) agregados de quartzo fraturados deste estudo- ampliação de 550x.....	102
Figura 70 - Difrátogramas de raios X de concretos aquecidos na idade de 100 dias.....	104
Figura 71 - Difrátogramas de raios X de concretos aquecidos na idade de 720 dias.....	106
Figura 72 - Difrátogramas de raios X de concretos aquecidos nas idades de 100 e 720 dias.....	107
Figura 73 - Espectros Raman das amostras do concreto, sem aquecimento e aquecidos em diferentes temperaturas, na idade de 100 dias.....	110
Figura 74 - Espectros Raman das amostras do concreto, sem aquecimento e aquecidos em diferentes temperaturas, na idade de 720 dias.....	112

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação de Alcaíno <i>et al.</i> [14] para vigas e colunas após incêndio, quanto a possibilidade de colapso em função da resistência residual.	59
Tabela 2 - Resultados dos ensaios de caracterização dos insumos.	65
Tabela 3 - Descrição dos grupos de estudo, classes C25 e C40, de acordo com a temperatura de aquecimento, nas idades de 100 e 720 dias.	68
Tabela 4 - Umidade dos corpos de prova nas idades de 100 e 720 dias.	71
Tabela 5 - Velocidades médias de ondas ultrassônicas nos concretos C25 e C40, em m/s.	82
Tabela 6 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para a VPU média em função da temperatura e das idades de aquecimento, para as classes de concreto C25 e C40.	83
Tabela 7 - Coeficientes de redução de velocidade (KV_{θ}), para classes C25 e C40, nas idades de 100 e 720 dias.	84
Tabela 8 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para o coeficiente de redução de velocidade (KV_{θ}), nas idades de 100 e 720 dias.	85
Tabela 9 - Comparativo entre as médias de KV_{θ} (teste de Tukey) e a diferença mínima significativa (DMS), nas idades de 100 e 720 dias, para cada par analisado.	86
Tabela 10 - Resistência à compressão axial média dos concretos C25 e C40, em MPa, aos 100 e 720 dias.	88
Tabela 11 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para a resistência média à compressão em função da temperatura e das idades de aquecimento, para as classes de concreto C25 e C40.	88
Tabela 12 - Coeficientes de redução da resistência à compressão axial (KC_{θ}), para classes C25 e C40, nas idades de 100 e 720 dias.	89
Tabela 13 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para o coeficiente de redução de resistência (KC_{θ}) em função das classes de concreto, nas idades de 100 e 720 dias.	90
Tabela 14 - Comparativo entre as médias de KC_{θ} (teste de Tukey) e a diferença mínima significativa (DMS), nas idades de 100 e 720 dias, para cada par analisado.	92
Tabela 15 - Coeficientes KV_{θ} e KC_{θ} , para classes C25 e C40, nas idades de 100 dias e 720 dias.	93

LISTAS DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANOVA	Análise de variância
a/c	Relação água/cimento
CP	Corpo de Prova
CPII F-40	Cimento Portland composto com filler – classe de resistência de 40 MPa
DMS	Diferença mínima significativa
END	Ensaio não destrutivo
Fator F	Fator de Fisher
Fcrítico	Fator crítico de Fisher
DRX	Difratometria de raios X
GL	Grau de liberdade total
IE	Índice esclerométrico
LVDT	Transdutor de deslocamento linear
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
RILEM	International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures.
Valor P	probabilidade de significância

LISTA DE SÍMBOLOS

CaCO_3	Carbonato de cálcio
CaO	Cal
CaSiO_3	Pseudowollastonita alfa
CH	Hidróxido de cálcio
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
C_2S	Silicato de dicálcico
C_3S	Silicato de tricálcico
C_3A	Aluminato tricálcico
C25REF	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova de referência (não aquecidos) da classe de resistência C25
C25200	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova da classe de resistência C25, aquecidos na temperatura de teste de 200°C
C25450	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova da classe de resistência C25, aquecidos na temperatura de teste de 450°C
C25800	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova da classe de resistência C25, aquecidos na temperatura de teste de 800°C
C40REF	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova de referência (não aquecidos) da classe de resistência C40
C40200	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova da classe de resistência C40, aquecidos na temperatura de teste de 200°C
C40450	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova da classe de resistência C40, aquecidos na temperatura de teste de 450°C
C40800	Grupo de estudo formado pelos corpos de prova da classe de resistência C40, aquecidos na temperatura de teste de 800°C
d1	Distância entre os transdutores
KV_{θ}	Coeficiente de redução da VPU mediante aumento da temperatura de exposição
KC_{θ}	Coeficiente de redução da resistência à compressão axial do concreto mediante aumento da temperatura de exposição
R0	Resistência média dos corpos de prova de referência (não aquecidos)

R_{θ}	Resistência média dos corpos de prova após aquecimento na temperatura θ
$R_{\theta 1}$	Resistência de cada corpo de prova após aquecimento na temperatura θ
MQ	Quadrados médios (variâncias)
SQ	Soma dos quadrados totais
VPU	Velocidade do pulso ultrassônico
V_0	VPU média dos corpos de prova antes do aquecimento
V_{θ}	VPU média dos corpos de prova após aquecimento na temperatura θ
$V_{\theta 1}$	VPU de cada corpo de prova após aquecimento na temperatura θ
cm^{-1}	Número de ondas para medir deslocamentos Raman
d	Distância entre os planos de átomos (distância interplanar) em que se dá a interferência construtiva dos feixes no DRX
d1	Distância entre os transdutores
g/cm^3	Gramas por centímetros cúbicos
Hz	Hertz
MPa	Mega Pascal
m/s	Metros/segundo
m	Metro
mW	Miliwatts
mm	milímetros
mA	miliâmpere
kV	Quilovolt
KHz	Quilohertz
s	Segundos
T	Tempo de propagação de onda fornecido pelo equipamento de ultrassom
°	Graus
θ	Ângulo entre o feixe difratado e a direção original do feixe no DRX

λ	Comprimento de onda dos raios X incidentes
μs	Microsegundos
tf	Tonelada-força
Å	Angström

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
2 OBJETIVOS	19
2.1 Objetivo geral.....	19
2.2 Objetivos específicos	19
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	21
3.1 O concreto nas estruturas de construções.....	21
3.2 A microestrutura do concreto e suas fases	23
3.3 A análise de integridade de estruturas de concreto no pós-incêndio.....	32
3.3.1 Ensaio de ultrassom em concretos pós-incêndio.....	42
3.3.2 Espectroscopia Raman	46
3.3.3 Difractometria de Raios X (DRX)	48
3.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	52
4 REVISÃO DA LITERATURA	56
5 MATERIAIS E MÉTODOS	63
5.1 Materiais	64
5.2 Produção dos corpos de prova	65
5.3 Aquecimento dos corpos de provas	69
5.4 Ensaio de ultrassom.....	71
5.5 Ensaio de resistência mecânica à compressão axial	74
5.6 Caracterização Microestrutural	75
5.6.1 Análise da morfologia microestrutural do concreto	75
5.6.2 Análise molecular por espectroscopia Raman.....	78
5.6.3 Estudos das fases cristalinas	80
6 RESULTADOS E DISCUSSÃO	82
6.1 Variação da velocidade de pulso ultrassônico (VPU) com a temperatura e a idade	82
6.2 Variação da resistência do concreto à compressão axial com a temperatura e a idade	87
6.3 Correlação resistência residual versus velocidade residual	93
6.4 Caracterização microestrutural	95
6.4.1 Análise Morfológica - microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	95
6.4.2 Estudo das fases cristalinas por DRX	102
6.4.3 Análise molecular por espectroscopia Raman.....	108
6.5 Discussões dos resultados	113
7 CONCLUSÕES.....	116
8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	119
REFERÊNCIAS	120

1 INTRODUÇÃO

O concreto é o material estrutural mais usado nas edificações de pequeno à grande porte [1-3]. O que justifica o fato do concreto ser tão utilizado como material de engenharia é a sua elevada resistência mecânica, a facilidade de moldagem, e o relativo baixo custo [1,2]. Esse material tem no aço o principal aliado frente às solicitações mecânicas predominantes em construções de grande porte (como edifícios, barragens e viadutos) e de utilidades notáveis no cotidiano da sociedade mundial [2]. A resistência ao fogo é apontada como sendo o mais importante aspecto de segurança desse material, para estabelecer a integridade estrutural dos elementos em concreto armado contra as falhas decorrentes de aquecimento excessivo [1-3], dada a sua incombustibilidade e baixa condutibilidade térmica [3].

Os avanços na ciência e tecnologia do cimento Portland, que, juntamente com os agregados, responde pelo comportamento do concreto, inclusive mediante ação do fogo [4-11], também contribuem para justificar esse amplo emprego do concreto em estruturas de edificações [1,2,12]. O que não implica afirmar que os elementos estruturais de concreto não são susceptíveis a danos graves causados por incêndio [13-16], uma vez que a questão de haver alterações nas propriedades do concreto mediante exposição a altas temperaturas é considerada bem consolidada no meio técnico [1,3,4,6,10,12,15,17].

A principal propriedade do concreto no estado endurecido é sua resistência mecânica à compressão, que ele perde progressivamente quando aquecido a partir de temperaturas da ordem de 200°C. O concreto pode apresentar em torno de 70 a 80% de sua resistência original, em temperaturas da ordem de 300°C, e cerca de 40 a 50%, em temperaturas próximas a 600°C [2,3,11,14,15,17].

Do ponto de vista da relação microestrutura-propriedades, os constituintes do concreto (pasta de cimento e agregados) sofrem transformações físico-químicas com o calor, o que além de influenciar diretamente na resistência mecânica, interfere em outras propriedades, inclusive térmicas [1,3,4,6,7,10,11]. Embora o concreto seja o material estrutural mais utilizado no mundo, a relação microestrutura-propriedades, inclusive no pós-fogo, ainda é objeto de muitos estudos [1,4-7,10,11,18-20].

Após um incêndio, a decisão pela interdição, por intervenções de reparos, ou ainda pela demolição das estruturas de construções em concreto armado, requer a verificação da sua capacidade resistente remanescente, devendo a estrutura ser adequadamente vistoriada, sendo indispensável avaliar o seu nível de dano e quão severo foi o incêndio para o concreto [15,21-23]. Sendo assim, a avaliação da integridade

de estruturas de concreto no pós-fogo deve expandir-se para além da inspeção visual [20-23].

O uso conjunto de técnicas de análises microestruturais e de caracterização química [4,6,10,11,18-20,24]; aliadas a equipamentos de ensaios não destrutivos [14,22,23,25,26], como o ultrassom, tem sido observado em vários estudos para contribuir de maneira eficiente no diagnóstico das estruturas de concreto pós-incêndio, favorecendo o desenvolvimento de metodologias que contribuem no aprimoramento da análise da resistência residual dessas estruturas [14,18,20,22,24].

Nesse sentido, a espectroscopia Raman é uma ferramenta que tem se mostrado eficiente para este fim, mediante os resultados disponíveis na literatura [18-20,27], que são bons indicativos da degradação do concreto por exposição ao calor.

Em muitos sinistros de incêndios, elementos de concreto armado não alcançam temperaturas acima de 500°C [13,16,17,28]. No entanto, é importante salientar que até esse nível de temperatura ocorre degradação dos materiais constituintes do concreto, inclusive aumento de porosidade e surgimento de microfissuras [4,6,7,11,17,18,20], culminando na perda de sua resistência [14,15,17,20]. Portanto, é relevante para trabalhos de perícias pós-fogo, o conhecimento das características microestruturais do concreto também nesses níveis de temperatura, possibilitando, inclusive, acompanhar a degradação do material por meio de análises morfológicas através de microscópio eletrônico de varredura (MEV) [4,6,7,10,22,23], espectros Raman [18-20,27] e difratometria de raios x (DRX) [10,18,19,22,29].

Fernandes *et al.* [24] enfatizaram a não existência de procedimentos padronizados nesses trabalhos de inspeção pós-fogo, e que isso poderia produzir resultados mais confiáveis.

Outro aspecto a se considerar é o de que o grau de hidratação e a umidade da pasta tenham influência sobre os efeitos do calor no concreto [1,3-8,10-12]. A idade e a umidade das amostras de concreto muitas vezes não são abordadas nas pesquisas envolvendo esse material após ação do fogo, o que dificulta um entendimento mais consolidado sobre esse tema [1,3]. Além disso, muitos estudos com simulação de incêndios em concreto ocorrem com ele tendo pouca idade, por isso, com teor de umidade relativamente alto e o grau de hidratação reduzido [3,4,8,30], o que sugere a necessidade de investigações que submetam concretos a condições de exposição ao fogo em maiores idades. Britez [30], inclusive, propôs que os estudos com concretos em elevadas temperaturas sejam realizados com no mínimo um ano de idade do material, para que os

concretos experimentais submetidos ao calor sejam mais compatíveis com os de edificações reais existentes.

Portanto, para contribuir no avanço de estudos envolvendo estruturas de concreto no pós-incêndio, inclusive o efeito da idade de exposição do concreto ao fogo [3,14,20,22-24,30], este estudo objetivou investigar o nível de degradação de concretos das classes de resistência C25 e C40, aquecidos nas idades de 100 e de 720 dias, após submetidos a três níveis de temperaturas de teste (200°C, 450° C e 800°C). Nele foram comparados os resultados de ensaios de ultrassom com os de resistência à compressão axial, correlacionando-os com os de análise molecular por espectroscopia Raman, com os estudos das fases cristalinas através da difratometria de raios X (DRX); e ainda com os estudos morfológicos microestruturais, feitos por microscópio eletrônico de varredura (MEV). Foram aspectos diferenciados deste trabalho: os estudos nas duas idades, distantes entre si quase dois anos; o emprego combinado das técnicas acima citadas em concretos de duas classes de resistência (muito usadas em estruturas de concreto armado de edificações); e os aquecimentos em temperaturas menores que 500°C, situações não comuns em publicações recentes [14,18-20,31,32], inclusive entre aqueles que tratam do emprego da espectroscopia Raman em concretos pós-fogo [18,20].

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar a eficácia do emprego combinado de medidas de ultrassom e de testes de compressão axial, associados a análises morfológicas microestruturais e das alterações físico-químicas no material, na investigação do nível de degradação de concretos após exposição ao fogo em duas idades (100 e 720 dias).

2.2 Objetivos específicos

- Observar as mudanças das propriedades mecânicas de concretos de duas classes de resistência distintas, após exposição a elevadas temperaturas, a partir da variação da resistência à compressão axial e da velocidade de pulso ultrassônico (VPU);
- Identificar a influência das idades de aquecimento, distantes entre si quase dois anos, nas variações de resistência e de VPU dos dois tipos de concretos;
- Verificar a relação entre as variações de resistência e VPU pelo aquecimento, e os danos observados na microestrutura dos constituintes do concreto a partir dessas elevações de temperatura;
- Verificar a influência das idades de aquecimento, nos danos microestruturais de dois tipos de concretos pós-fogo;
- Avaliar as mudanças morfológicas da microestrutura de dois tipos de concretos, através do MEV, nas duas idades de teste, e após exposição a elevadas temperaturas;
- Investigar as alterações dos principais constituintes químicos da pasta e dos agregados do concreto, pela exposição ao calor em diferentes níveis de temperatura, através do DRX e da espectroscopia Raman;
- Verificar a eficiência da espectroscopia Raman para avaliação de degradação a fogo de concretos;

- Avaliar as alterações de resistência, de VPU e na microestrutura dos dois tipos de concretos pós-fogo, após exposição a temperaturas de queima inferiores a 500 °C, comuns em situações de incêndio em estruturas de concreto armado;
- Contribuir para o emprego de novos recursos tecnológicos (ultrassom, MEV, DRX e espectroscopia Raman) na análise de resistência residual de estruturas de concreto nos trabalhos de perícias pós-incêndios.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 O concreto nas estruturas de construções

O concreto é um compósito formado de aglomerantes e agregados [1,2,12]. Nos concretos, o aglomerante mais utilizado é o cimento hidráulico. O cimento Portland é o aglomerante hidráulico (ou mais usual, atualmente, “ligante hidráulico”) mais comumente utilizado para fazer o concreto [1]. O agregado é o material granular (areias e britas) sem forma e volumes definidos, de dimensões e propriedades adequadas para a fabricação de concretos e argamassas de cimento portland [33]. Isaia [2] relata que o uso do concreto combinado a barras de aço, para suprir a baixa capacidade resistente do concreto a esforços de tração, foi efetivamente empregado com mais segurança por volta da segunda metade do século XIX, quando as teorias sobre o concreto armado incorporaram os efeitos benéficos da descoberta do cimento Portland e adveio o uso mais intenso do aço associado ao concreto [34].

Na Figura 1 tem-se a primeira ponte construída inteiramente em concreto armado, com 13,80m de vão e 4,25m de largura, no castelo de Chazelet, França [2].



Figura 1- Ponte de concreto armado projetada e construída por Monier, em 1875 [2].

Em 1892, François Hennebique patenteou o sistema de construção conhecido como concreto armado, descobrindo e aplicando conceitos ainda hoje utilizados para vigas e pilares, sendo ele o primeiro a empregar nós monolíticos entre esses dois elementos estruturais (Figura 2), o que tornava as estruturas hiperestáticas [2]. Nesse

sistema, esse empreendedor francês, já utilizava barras de aço redondas nas zonas tracionadas de elementos estruturais, ancorando-as na zona comprimida, e empregando-se estribos em vigas de seção retangular, dobrados em forma de U (Figura 3) [2,34].

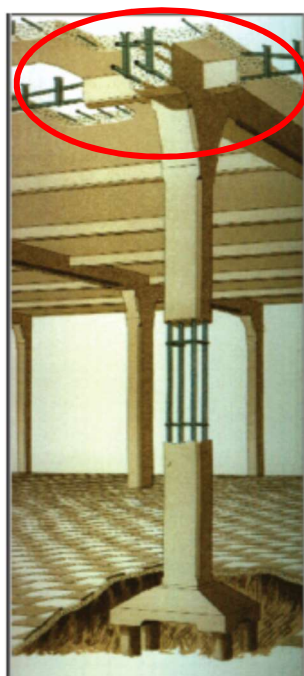


Figura 2 - Sistema com nós hiperestáticos de Hennebique [2].

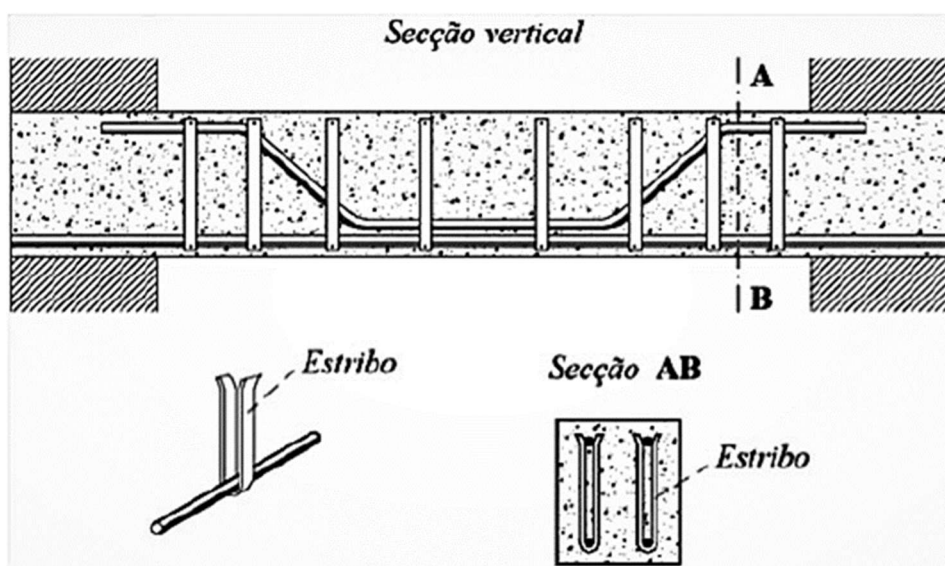


Figura 3 - Detalhes de vigas de Hennebique, com estribos em U [34].

Já naquele momento, o fato do concreto ter boa resistência contra o fogo era considerado fator de destaque desse material em substituição a madeira, muito usada nas construções da época [2].

O uso do concreto se difundiu mais rapidamente após a segunda guerra mundial, meados do século XX, especialmente para restauração dos países afetados pelos confrontos bélicos [1,2,12].

As características que qualificam o concreto como o material mais utilizado em estruturas de edificações no mundo, são: boa resistência mecânica, disponibilidade de matéria-prima; versatilidade de moldagem; hiperestaticidade; relativa facilidade de execução; durabilidade (especialmente se bem dosado e executado); relativo baixo custo; sustentabilidade (dada a baixa energia necessária para produção, sendo durável e exigindo baixa manutenção, se bem projetado e executado) e sua boa resistência ao fogo [1,2,3,5,7,12,13].

“É possível transformar o concreto de hoje em um material de alta tecnologia pela realização de dosagem correta, execução apropriada, levando em conta fatores que influem nas propriedades e no comportamento do concreto na estrutura real” [12]. O maior conhecimento da microestrutura da pasta de cimento e da zona de transição pasta-agregados (abordadas no item 3.2) possibilitou evolução na tecnologia do concreto nos últimos 50 anos, inclusive das análises pós fogo [1,2,4,5,8,10,12,22,24].

O auxílio de equipamentos para melhor compreensão da microestrutura e das alterações das fases da pasta possibilitou desenvolver novos tipos de concretos a serem empregados em aplicações diversas. Portanto, foram desenvolvidos concretos com propriedades compatíveis às solicitações mecânicas e ambientais mais intensas que as existentes a algumas décadas atrás [1,2], uma vez que permitiu melhor compreensão, em escala nanométrica, dos mecanismos que ditam o desempenho do concreto em nível macroscópico sob diversas condições de exposição, inclusive sob altas temperaturas [1-8,11,18-20]. Dentre esses equipamentos podemos citar o microscópio eletrônico de varredura (MEV) [1,2-7,10,22], o difratômetro de raios x (DRX) [18,19,29] e o espectroscópico Raman [18-20,27,35-39].

3.2 A microestrutura do concreto e suas fases

“O concreto endurecido pode ser considerado como uma rocha artificial constituída por uma associação de agregados graúdos e grãos de areia, de dimensões variáveis, englobados por uma pasta de cimento” (Mehta e Monteiro [1]). As propriedades do concreto (mecânicas, físicas e químicas) dependem de fatores relacionados não apenas à pasta e aos agregados, mas também à zona de ligação (transição) entre eles [1,5]-ver Figura 11.

A microestrutura da pasta de cimento hidratada, na região vizinha de grandes partículas de agregado, é, normalmente, muito diferente da microestrutura da matriz de pasta ou argamassa no sistema [1]. A região de contato entre a pasta de cimento e o agregado apresenta menor resistência em relação as outras duas fases (agregado e pasta de cimento), o que torna ela o elo frágil no desenvolvimento da resistência do concreto [5].

No que diz respeito a fase **pasta de cimento hidratada** na matriz, os principais produtos sólidos da hidratação do cimento, que têm influência relevante nas propriedades da pasta e do concreto no incêndio, são: sulfoaluminatos de cálcio (em especial a Aft-**etringita: C-A-S-H**) que são os primeiros a se hidratarem, com papel secundário nas relações microestrutura-propriedades, apresentando morfologia de agulhas/bastões (Figura 4); o **silicato de cálcio hidratado (C-S-H)**, a fase mais importante que define as propriedades da pasta, como estabilidade, resistência e adesividade- sua estrutura é tida como complexa; e o **hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂-portlandita:CH)**, caracteriza-se por ter morfologia de cristais maiores e hexagonais (Figura 4), e com menor contribuição na resistência do concreto em relação ao C-S-H, por ter baixa área superficial [1,3-8,10-11]. Em situação de incêndio a decomposição deles ocorre em temperaturas distintas (conforme abordado no item 3.3) e afeta a integridade do concreto, e, por conseguinte, das estruturas em concreto armado [3,4,6,7,10,11,14,18,20].

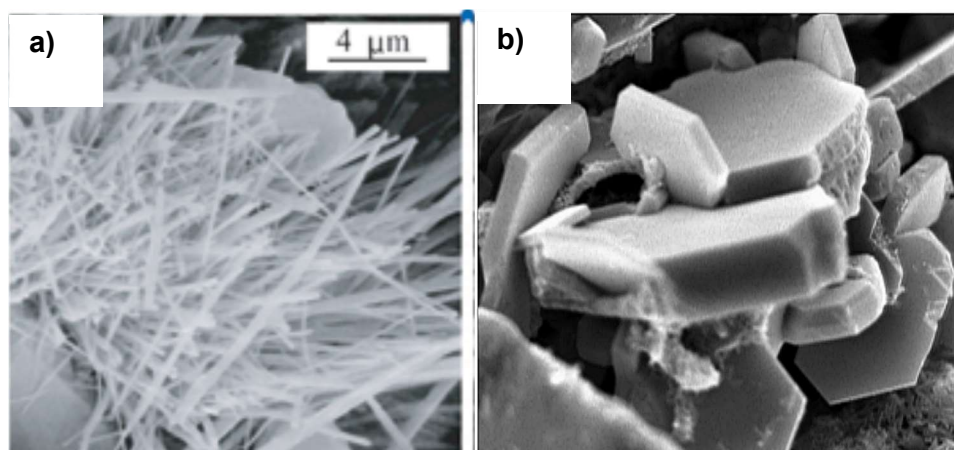


Figura 4 - Micrografia de agulhas de etringita (a) [1] e cristais hexagonais de Portlandita (b) [5].

Conforme exposto anteriormente, a estrutura do C-S-H é tida como complexa, com sua morfologia variando de fibras pouco cristalinas a redes reticulares [1,5,8], isso para os chamados C-S-H externos (Figura 5). Há ainda os produtos internos que ocupam os espaços deixados pelos cristais de alita (C_3S) dissolvidos [8].

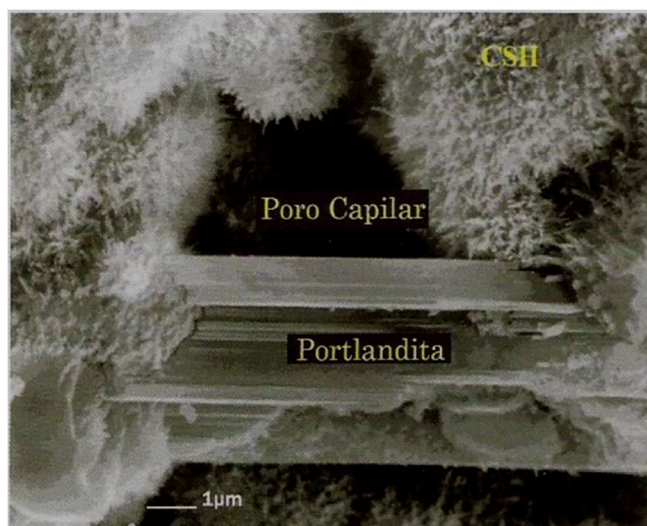


Figura 5 - Morfologia por MEV de C-S-H fibrilar [8].

O C-S-H compõe de 50 a 60% dos sólidos de uma pasta de cimento hidratada, por isso que é tido como a fase mais determinante das propriedades da pasta de cimento [5]. Alguns modelos mais tradicionais são propostos para essa estrutura visando melhor explicar as propriedades dos materiais e são descritos por Paulon e Kirchheim [5], sendo eles:

I) Modelo de Powers (1958) e Brunauer (1962) (Figura 6)

- a) Estrutura em camadas;
- b) Área superficial elevada ($\approx 250\text{m}^2/\text{g}$);
- c) Espaços interlamelares regulares entre sólido-sólido.

II) Feldman e Sereda (1970) (Figura 6)

- a) Estrutura em camadas de arranjo irregular ou dobrado, dispostas de forma aleatória;
- b) Espaços interlamelares de formas e tamanhos diferentes

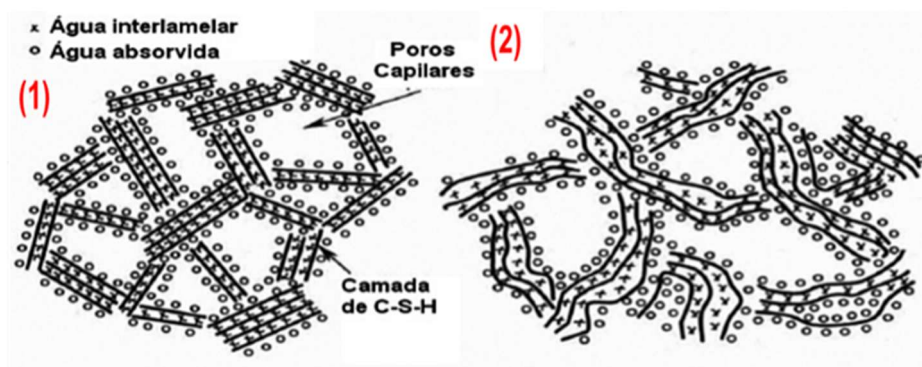


Figura 6 - Modelo do C-S-H: (1) Powers; (2) Feldman e Sereda [5].

III) Wittmann (1976) (Figura 7)

a) Estrutura em rede tridimensional de gel – formada por xerogel;

IV) Jennings (2000) (Figura 7)

a) Agregação de compostos coloidais modificados quimicamente durante a hidratação.

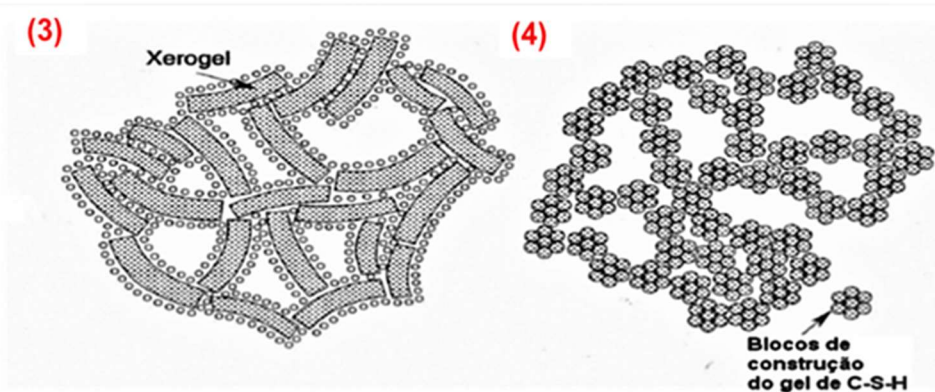


Figura 7 - Modelo do C-S-H: (3) Wittmann; (4) Jennings (adaptado de Paulon e Kirchheim [5]).

Nonat [8] descreve o modelo para a estrutura do C-S-H proposto por Nonat [40], segundo o qual ocorre um empilhamento de folhas cada uma formada por uma camada dupla central de octaedros de cal inseridas entre duas camadas de tetraedros de sílica (SiO_4), conforme mostrado na Figura 8.

As principais ligações dessas cadeias de cal e sílica, também chamadas de cadeias de Dreiekette [41,42], são:

- tetraedros pareados P (arestas O-O são compartilhados e ligados com a camada de cal);
- tetraedros ponte B (liga os dímeros formados).

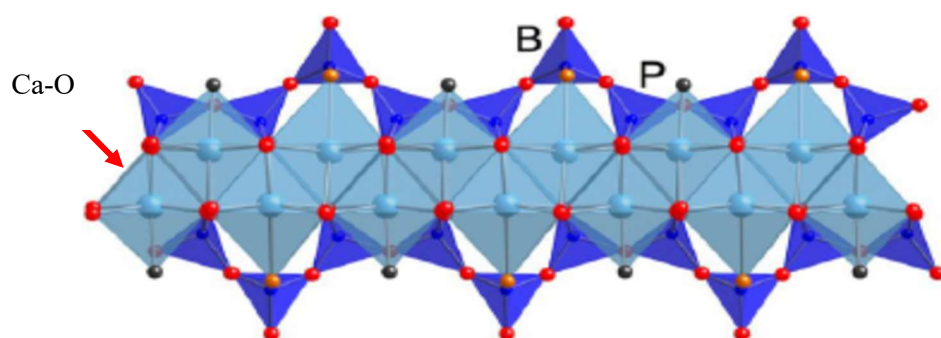


Figura 8 - Modelo de estrutura do C-S-H formada por várias cadeias de Dreiekette (adaptado de Richardson [41]).

Na Figura 9 tem-se a representação do diagrama mais completo de duas cadeias de Dreikette [41,42], incluindo as moléculas de água no espaçamento entre elas.

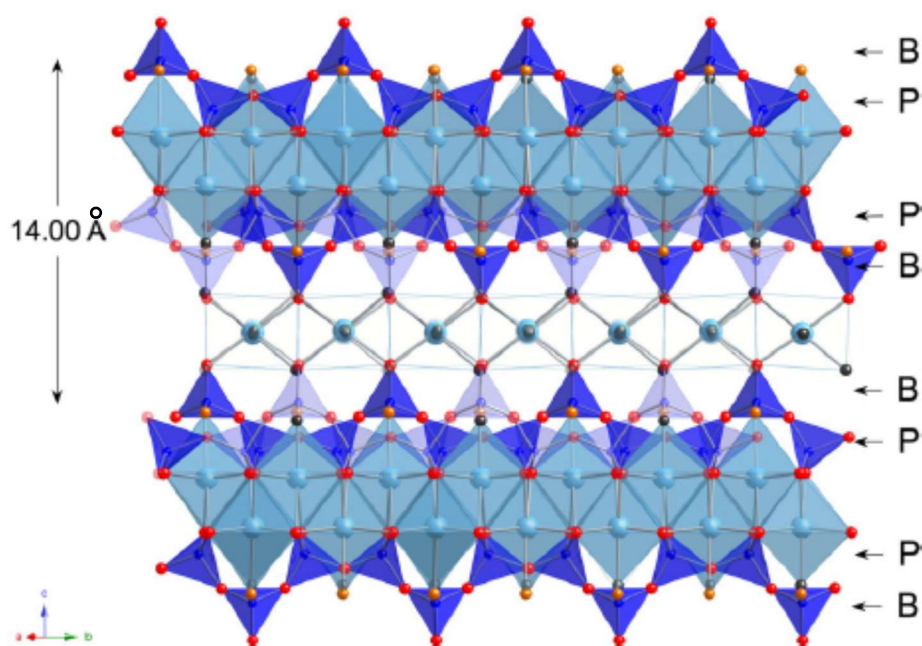


Figura 9 - Modelo de estrutura do C-S-H formado por duas cadeias de Dreiekette com moléculas de água entre elas [41,42].

As propriedades da pasta de cimento hidratada também são muito influenciadas pelos vazios, sendo eles: o espaço interlamelar no C-S-H, que são vazios pequenos que podem contribuir para a retração por secagem e fluência, devido a remoção de água que as pontes de hidrogênio retêm neles. Já os vazios capilares (porosidade) são espaços não ocupados pelos produtos de hidratação do cimento. Quanto maior a hidratação do cimento e menor relação água/cimento, menores os vazios capilares [1,5,12].

Os macroporos têm mais influência na impermeabilidade e resistência do concreto que os microporos, que têm mais importância na fluência e na retração por secagem [1]. Diferente dos vazios capilares, os vazios de ar incorporado (resultantes de aditivos), ou ar aprisionado (resultantes da mistura de concreto), tem forma regular e esférica e são maiores que os capilares, podendo comprometer mais negativamente a resistência da pasta e do concreto [1].

A água na pasta de cimento hidratada é encontrada nos seguintes estados [1]:

- **Água capilar:** que se subdivide em água em grandes vazios (água livre, sua remoção não provoca alteração de volume) e a retida por tensão capilar em pequenos capilares (0,005 a 0,05 μm), cuja remoção acarreta retração do sistema;
- **Água adsorvida:** é a que fica fisicamente adsorvida pela superfície dos sólidos da pasta hidratada. A perda dessa água (por secagem a 30% da umidade relativa), é responsável pela retração da pasta.
- **Água interlamelar:** retida pelas ligações de hidrogênio entre as camadas de C-S-H. Apenas é perdida com forte secagem (abaixo de 11% de umidade relativa), levando a retração da estrutura quando de sua perda.
- **Água quimicamente combinada:** é a da microestrutura de produtos de hidratação do cimento, que é liberada quando os hidratos se decompõem por aquecimento.

A Figura 10 apresenta um modelo esquemático dos tipos de águas associados aos silicatos de cálcio hidratados, descritos por Mehta e Monteiro [1].

No interior do concreto aquecido surgem diferentes processos físicos, mecânicos e reações que estão ligados à sua composição, às condições de exposição e ao nível de carregamento mecânico [1,5,8,43]. A elevação de temperatura gera gradiente de temperatura, migração de água entre os poros, variações de umidade e transformações cristalinas que induzem modificações estruturais e dimensionais na micro e macroestrutura do concreto [3,4,6,7,10,11,18,20,27,29].

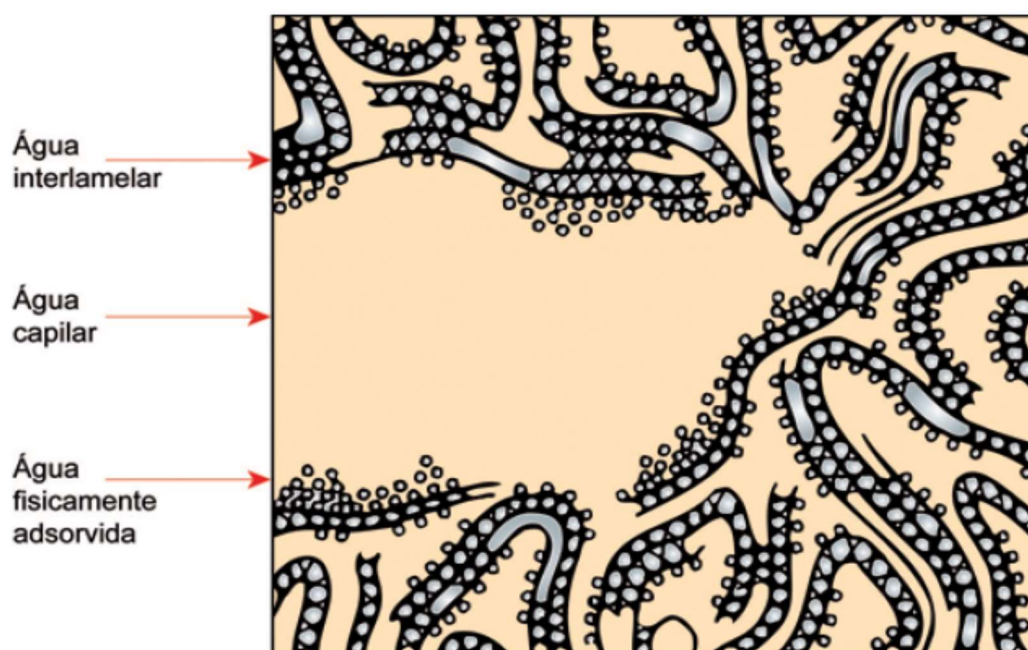


Figura 10 - Modelo esquemático dos tipos de água associados aos silicatos de cálcio hidratados [1].

A variação da massa volumétrica em função da temperatura é influenciada pela variação de porosidade e pela perda de água [44]. Além dela, com o aumento da temperatura, as propriedades térmicas do concreto (difusividade térmica, condutividade térmica e calor específico) também são modificadas pela variação de água e ainda pelo tipo de agregado [3,7].

Britez e Costa [3] e Robert *et al.* [7] destacam a importância de que experimentos envolvendo concretos a elevadas temperaturas apenas ocorram com idades relativamente avançadas, de maneira a simularem “maturidade, teor de umidade e grau de hidratação” mais compatíveis com os do concreto de edificações reais que estão em serviço. Considera-se que em poucas idades o teor de umidade é relativamente alto e o grau de hidratação reduzido. Britez [30] propõe que os experimentos ocorram com idade mínima de um ano.

Na fase zona de transição no concreto a microestrutura se caracteriza por ser uma região onde a relação água-cimento maior (devido ao filme de água revestindo as partículas de agregado), traz consigo cristais maiores. Portanto, apresenta uma estrutura mais porosa, menos densa, que faz essa região ter no primeiro momento resistência bem menor do que a matriz da pasta de cimento ou da argamassa [1]. A Figura 11 apresenta uma representação da zona de transição da interface pasta-agregado. Já a Figura 12

mostra uma imagem obtida em MEV que destaca cristais de portlandita na zona de transição.

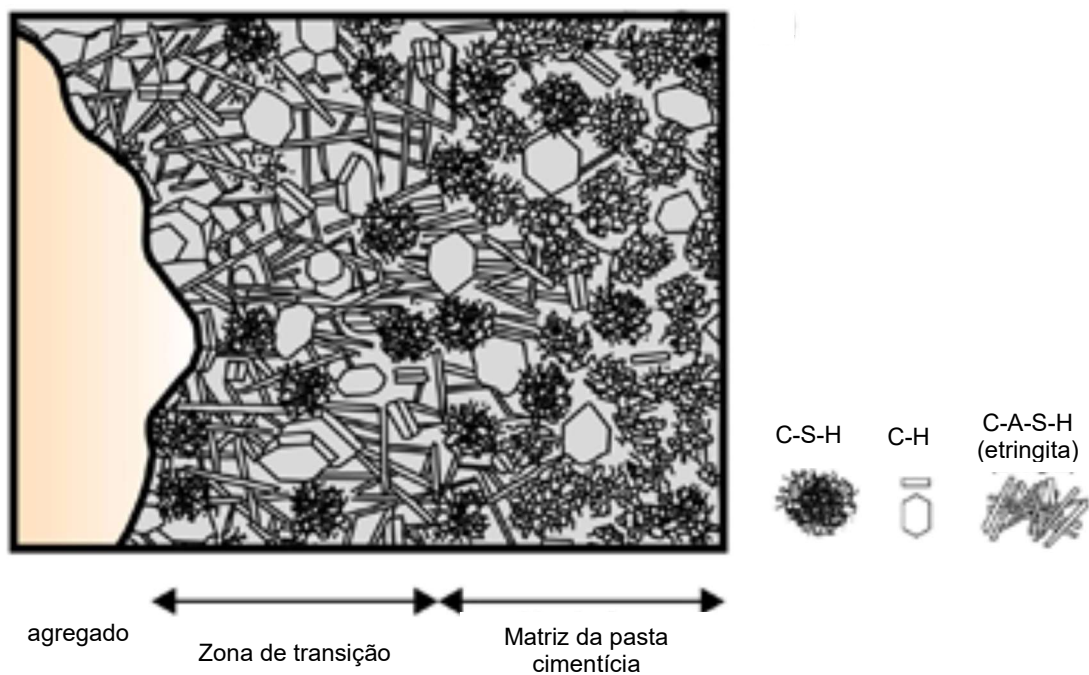


Figura 11 - Representação da zona de transição e da matriz pasta de cimento no concreto (adaptado de Mehta e Monteiro [1]).

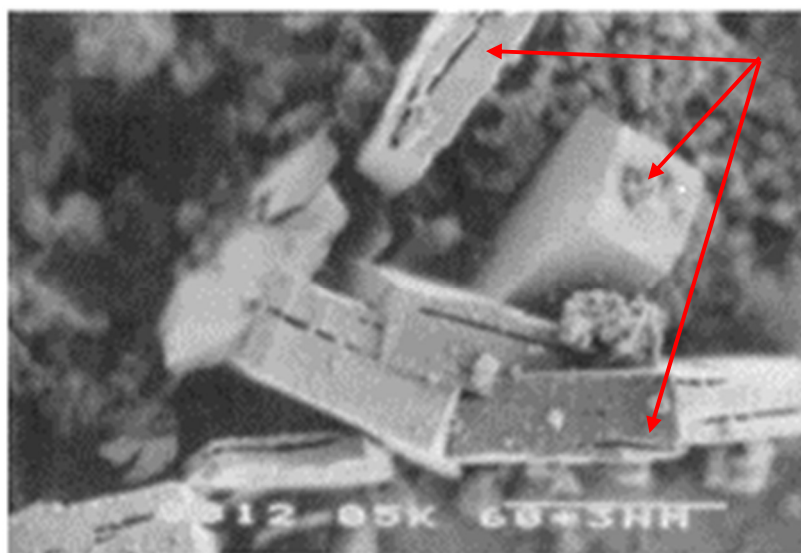


Figura 12 - Micrografia de cristais de Portlandita na zona de transição (adaptado de Mehta e Monteiro [1]).

A zona de interface pasta-agregado é mais propensa de fissuração por estar sujeita a tensões oriundas de movimentos diferenciais entre agregados e a pasta de cimento hidratada (Figura 13), o que afeta a aderência entre essas duas fases. A resistência e o módulo de elasticidade do concreto sofrem grande influência dos vazios e de microfissuras da zona de transição da interface. Mesmo quando os componentes do compósito apresentam rigidez elevada, ela é reduzida pela fragilização do concreto nessa zona de interface, que não possibilita transferência de tensões. Por essa razão, na microfissuração por exposição ao fogo essas duas propriedades mecânicas do concreto tendem a cair [1,3,7,15,17,43].



Figura 13 - Incompatibilidade térmica entre agregados e pasta de cimento hidratada [24].

Em relação a **fase agregado**, o CEN [44] traz curvas com diferenciação de deformações e resistência entre concretos feitos com agregados de calcários e com agregados silicosos, mediante exposição ao fogo, mostrando que os concretos com densidade convencional produzidos com agregados silicosos perdem mais rapidamente a resistência, quando comparados com os concretos feitos com agregados calcários, o que é confirmado por Mehta e Monteiro [1], Robert *et al.* [7], e Britez e Costa [3].

No caso de agregados silicosos de quartzo, com o alcance da temperatura de aproximadamente 573 °C (Figura 13), deverá se verificar a ocorrência de uma expansão súbita, trazendo consigo fissuração da matriz cimentícia. Isso se dá pela mudança da estrutura cristalina do quartzo da forma α para β [3,7,10,11].

Trazendo para o presente estudo, convém salientar que Gonçalves *et al.* [45], através de estudos junto à Companhia de Desenvolvimento Industrial e de Recursos Minerais de Sergipe (CODISE), informaram que os agregados graúdos disponíveis no estado de Sergipe que são mais adequados a serem utilizados em concreto armado, são os da região de Itabaiana. Pois ali, a rocha, pela descrição petrográfica, foi caracterizada como um gnaisse cinza, constituída basicamente por feldspato e quartzo. Esse tipo de agregado foi o utilizado nos concretos deste trabalho e deverá ter alterações com o avanço da temperatura, conforme discorrido no item 3.3.

3.3 A análise de integridade de estruturas de concreto no pós-incêndio

Analisando-se as definições de fogo pelas normas de alguns países percebe-se que ainda não é consensual [3,28]. De acordo com a NBR 13860 [46], o fogo é o “processo de combustão caracterizado pela emissão de calor e luz”.

Já Britez e Costa [3] definem fogo como sendo “o desenvolvimento simultâneo de calor e luz, o qual é produto da combustão de materiais inflamáveis”. Atualmente considera-se que os quatro elementos fundamentais para ter o fogo são: combustível, comburente, o calor e a reação em cadeia. Estes formam o chamado tetraedro de fogo [3,28,30] (Figura 14).

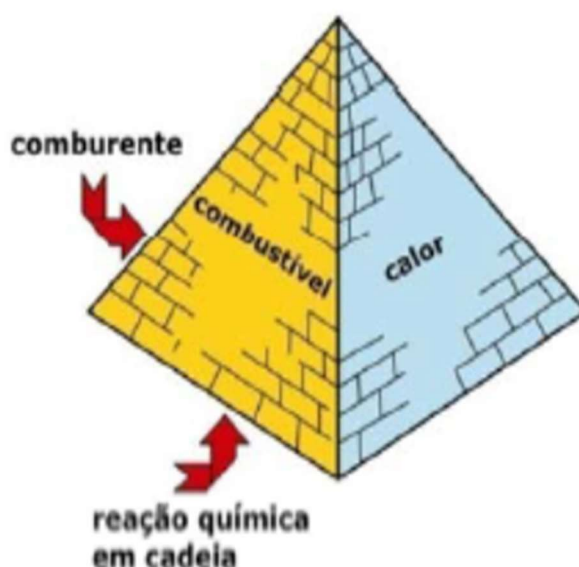


Figura 14 - Tetraedro de fogo (adaptado de Britez e Costa [3]).

O calor serve para dar início, manter e aumentar a propagação do incêndio. O comburente (oxigênio do ar) é necessário para a combustão. O elemento que serve de propagação do fogo é o combustível (sólido, líquido ou gasoso). Já a reação em cadeia é o que torna o processo de queima autossustentável [3,28]. É importante salientar que o concreto não é considerado um material que participa como elemento essencial do tetraedro de fogo [3]. Considera-se o incêndio como sendo o “fogo fora de controle”, assim como está descrito na NBR 13860 [46]. Para Seito *et al.* [28] as conceituações utilizadas levam ao entendimento de que o incêndio não é medido pelo tamanho do fogo, prova disso é que quando os danos trazidos pelo fogo são considerados de baixo impacto, “diz-se que houve um princípio de incêndio e não um incêndio” (Seito *et al.* [28]).

A resistência ao fogo de um material, ou elemento estrutural, é entendida como sendo a sua capacidade de permanecer desempenhando as funções para as quais foi concebido, sob a ação do incêndio, mantendo segurança estrutural, estanqueidade e isolamento [17,47]. No incêndio, mesmo com boa resistência a temperaturas elevadas, dadas suas características térmicas (incombustibilidade e baixa condutividade térmica), o concreto sofre consequências da queima de inflamáveis [1,3,17,28,48,49], o que pode levar a redução de suas propriedades mecânicas, inclusive da resistência à compressão [3,14,17].

Nos elementos estruturais de uma edificação, o aumento de temperatura resultante da ação térmica de um incêndio dependerá do mecanismo de transmissão de energia térmica (fluxo de calor). Esse, por sua vez, poderá ser por condução de calor, convecção de calor e radiação de energia térmica [3,17,28], cada um deles irá interferir com maior ou menor impacto na manutenção ou no crescimento do fogo [28].

A radiação é o processo pelo qual o fluxo de calor se dá através de ondas eletromagnéticas [17,28]. A radiação em um ambiente (por exemplo, compartimento/cômodo de uma residência) é proveniente de gases quentes decorrentes das chamas e de paredes aquecidas [17] (Figura 15). Silva [17] chama atenção para o fato de que em um ambiente onde há “combustão incompleta dos materiais combustíveis”, a radiação oriunda dos gases será predominante.

Na convecção, o fluxo de energia térmica se dá pela movimentação do meio fluido aquecido (líquido ou gás) [28]. A diferença de densidade entre os gases de diferentes temperaturas, no compartimento em chamas, faz com que eles se movimentem e cheguem até as estruturas, levando a elas calor [17], conforme ilustrado na Figura 16.

No caso do mecanismo da condução de calor, a energia térmica flui por meio do material sólido [28]. Sendo o concreto um material de baixa condutividade térmica, esse

processo nem chega a ser mencionado por alguns estudiosos de concreto em incêndio [3,17].

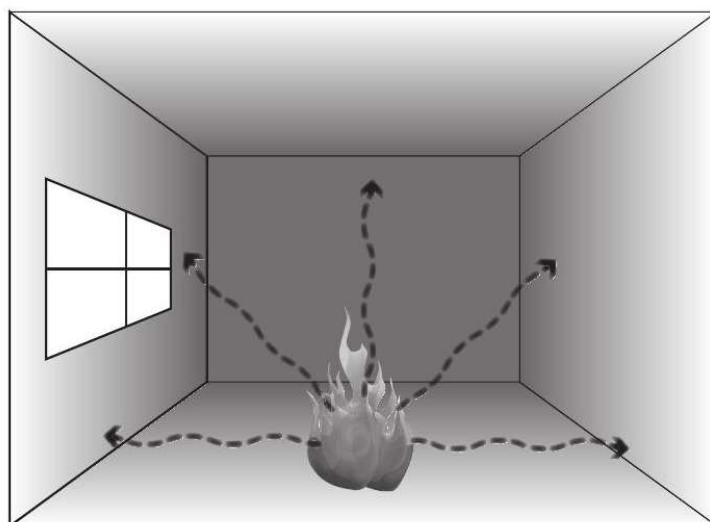


Figura 15 - Fluxo de calor radiante [17].

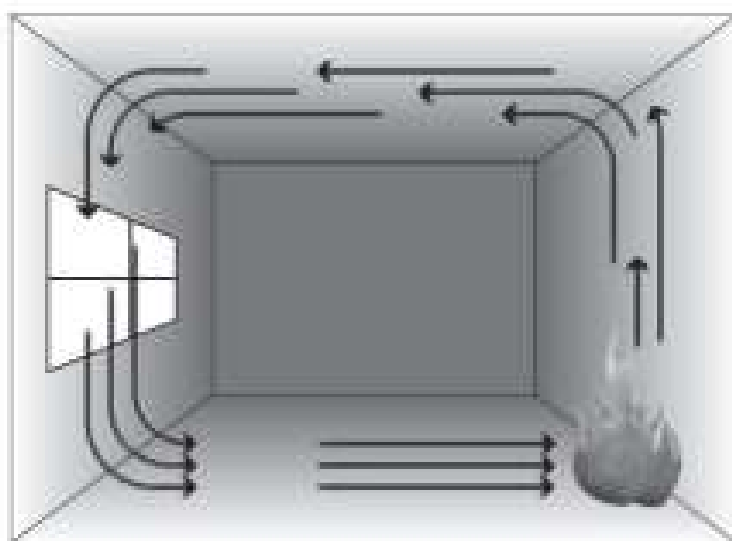


Figura 16 - Fluxo de calor convectivo [17].

O incêndio, de maneira geral, começa de forma discreta e tendo pequena intensidade. O seu crescimento vai ser em função do primeiro elemento ignizado, das características perante o fogo e disposição dos materiais presentes no mesmo ambiente desse elemento [3,28].

No que diz respeito às estruturas, o importante no incêndio é o conhecimento da curva que fornece a temperatura média dos gases quentes em função do tempo de incêndio [17]. A curva representativa da variação de temperatura (Figura 17) em um

incêndio real tem como característica a presença de dois ramos, com três estágios (fase de ignição, fase de aquecimento e fase de resfriamento) que são identificados por dois pontos: o *flashover* e a temperatura máxima.

A primeira fase, chamada de **ignição** (também conhecida como *pré-flashover*), corresponde ao incêndio incipiente tendo-se um crescimento lento, de baixa temperatura [3,17,28]. Nessa fase eventuais riscos à vida decorrem da emissão de gases tóxicos ou asfixiantes pelo material combustível em chamas [17], porém não se prevê riscos ao patrimônio por colapso estrutural [3,17]. Essa fase termina justamente no instante de ocorrência do *flashover*.

A fase de ignição, segundo prevê Seito *et al.* [28], em geral tem duração entre cinco a vinte minutos. Caso não seja extinto nessa fase, inicia a segunda fase, denominada de **flashover**, que é um instante de inflamação generalizada caracterizado pelo aumento brusco e repentino de temperatura. Nesse estágio todo o material combustível presente no ambiente entra em combustão. O ambiente é tomado por grandes labaredas e gases quentes com temperatura superior a 300°C [3,28], podendo atingir o pico da curva em temperaturas que ultrapassam 1000°C [3]. De acordo com Seito *et al.* [28], caso o incêndio seja combatido antes dessa fase haverá grande probabilidade de sucesso na sua extinção.

A terceira fase, **o resfriamento**, acontece após extinção de todo o material combustível, havendo diminuição gradual da temperatura dos gases do ambiente e das chamas, pois sem novas cargas de incêndio para alimentá-las, vai ocorrendo o arrefecimento gradual do incêndio.

É comum considerar que a temperatura do ambiente em chamas, a favor da segurança, atinge sempre seu valor máximo e com isso a estrutura deve ser projetada para resistir a essa situação [17]. É importante salientar ainda que com frequência adota-se, em alguns métodos de análise, uma distribuição uniforme de temperatura no compartimento após o *flashover* [17], embora notadamente isso pode não ocorrer [16,28].

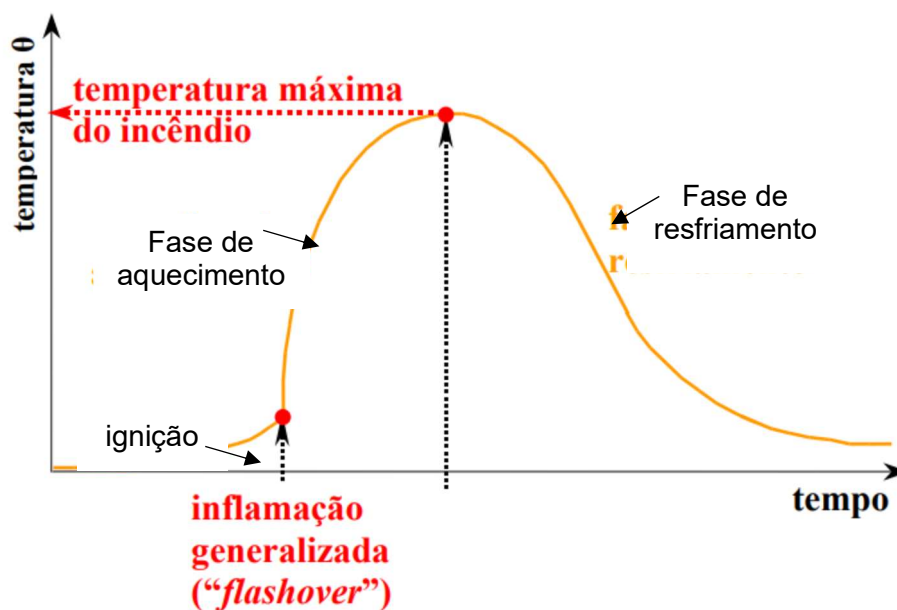


Figura 17 - Estágios de um incêndio real (adaptado de Costa e Silva [48]).

Seito *et al.* [28] apresenta a Figura 18 para ilustrar a evolução do incêndio celulósico real em edificação. É importante salientar que os materiais a base de celulósicos são os comumente admitidos como cargas de incêndio em edificações, através das curvas padrão de incêndio, tanto em estudos experimentais como em projetos [3, 17, 28].

Curvas de incêndio são padronizadas para facilitar a determinação das ações térmicas nas estruturas. A curva mais adotada no Brasil para simulação de cenários de incêndios em concreto é a ISO 834 (Figura 19) [3,17] - transcrita na ABNT NBR 5628:2001. As curvas-padrão possuem apenas o ramo ascendente, admitindo-se, portanto, que a temperatura dos gases vai sempre crescendo com o tempo, sem levar em conta a influência da carga de incêndio e as características do ambiente. Portanto, as curvas-padrão não reproduzem uma situação real de incêndio e das estruturas expostas ao fogo (Figura 20), pois as características do cenário do incêndio variam [3,17]. As curvas-padrão são utilizadas associadas a tempos padronizados para fornecer parâmetros de projetos [17].

Essa curva especifica que a elevação de temperatura no forno deve ser dada pela Equação 1:

$$\theta = \theta_0 + 345 \log_{10} 8(t + 1) \quad (\text{Equação 1})$$

Onde:

t=tempo, em minutos;

θ =temperatura do forno no tempo t, em graus celcius (°C);

θ_0 =temperatura inicial do forno, em graus celcius (°C);

Sob a ação do fogo, a degradação do concreto está relacionada a dois tipos de degradações principais, são eles: a perda de resistência mecânica e o destacamento de material [7]. O valor da resistência do concreto após o incêndio depende da temperatura atingida durante o incêndio [3,4,14,15,17,22].

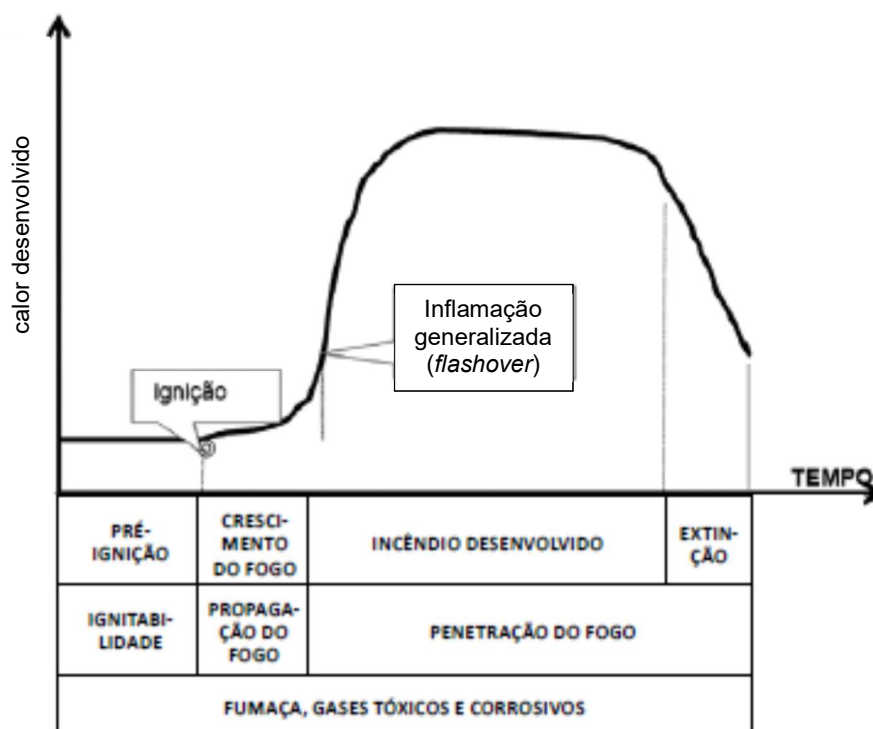


Figura 18 - Ilustração de curva de evolução do incêndio celulósico (Adaptado de Seito *et al.* [28]).

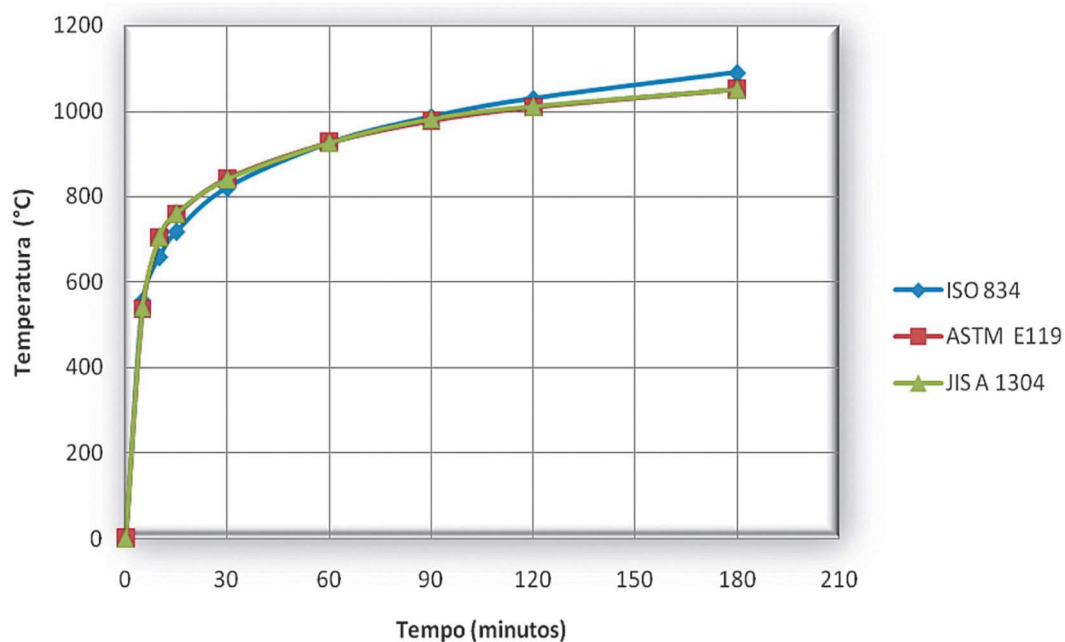


Figura 19 - Curvas de incêndio-padrão [3,30].

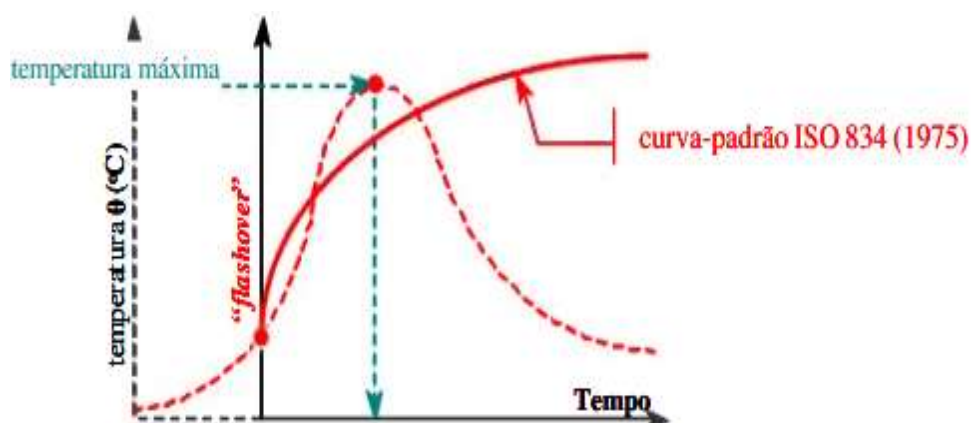


Figura 20 - Curvas de incêndio-padrão x curva real [48].

Robert *et al.* [7] descrevem duas hipóteses tidas como principais para explicar o fenômeno do lascamento do concreto (apresentadas na Figura 21). A primeira refere-se ao pipocamento hidráulico, onde o lascamento do concreto é resultado de pressões internas oriundas dos fluídos (Figura 21 (a)). E a segunda, referente ao pipocamento mecânico, onde o lascamento resulta do impedimento das dilatações térmicas, gerando tensões térmicas elevadas de compressão e paralelas a superfície aquecida (Figura 21 (b)). Por fim, descrevem que o processo de lascamento do concreto vem da combinação da pressão dos fluídos no interior dos poros, das tensões de compressão na superfície

exposta ao fogo e da fissuração da zona de transição pasta de cimento-agregado (fruto das deformações diferenciais entre elas).

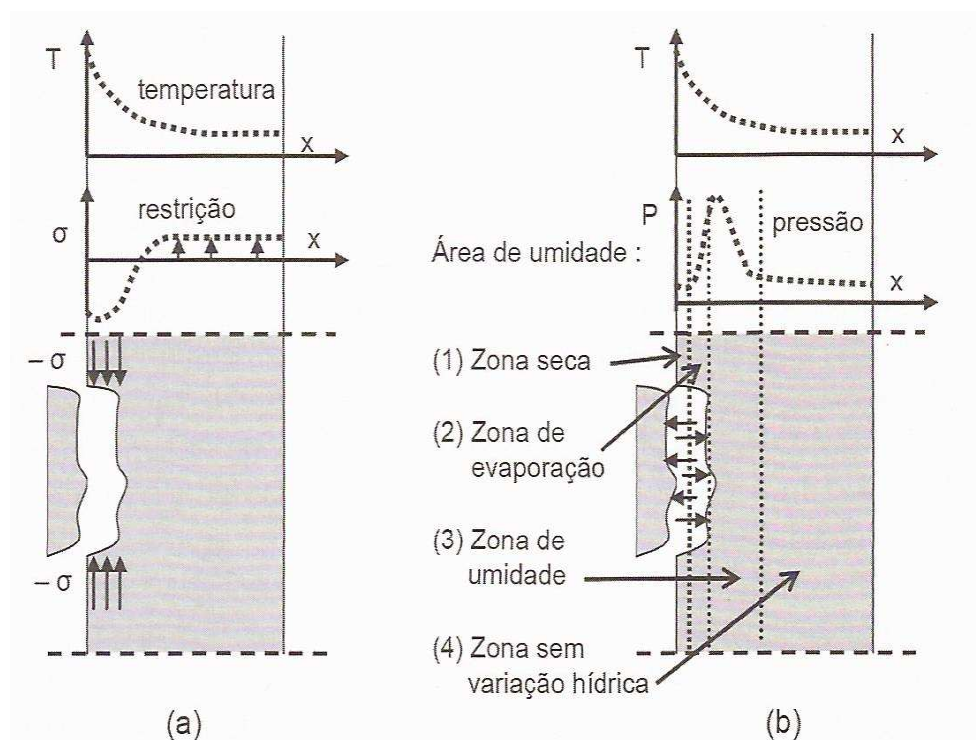


Figura 21 - Ilustração das razões do pipocamento do concreto: (a) pipocamento mecânico, (b) pipocamento hidráulico [29].

Apesar de algumas diferenças nas temperaturas indicadas, alguns trabalhos, como os de Battagin e Silveira [6], Costa [50], Robert *et al.* [7], Hagger [11], Annerel e Taerwe [10] e Zhang *et al.* [4], descrevem as transformações físico-químicas nos materiais, ilustradas na Figura 22, como sendo da seguinte forma: próximo a 100°C, ocorre liberação da água dos macroporos, além da desidratação de etringita e início da decomposição do C-S-H. A partir de 200°C, ocorre a microfissuração superficial. Em torno de 300°C, há perda da água interlamelar do C-S-H e início da perda da água quimicamente combinada dos aluminatos hidratados e do C-S-H. Entre 460°C e 550°C a fissuração alcança níveis mais profundos no material e aumenta os volumes de poros na pasta. Nessa faixa de temperatura a portlandita vai se transformando em cal livre. Por volta de 570°C ocorre a mudança de fases (de α para β) dos agregados de quartzo - expansão súbita. Acima de 600°C, há a decomposição completa das fases de C-S-H; e acima de 700°C, a descarbonatação inicia (perda de CO_2) para agregados calcários. Entre 800°C e 1000°C, os principais minerais graníticos perdem coesão, sofrendo intensa retração, provocando a fissuração generalizada do agregado; e ocorre decomposição dos

carbonatos de cálcio ainda presentes. Acima de 1000°C, há perda total do CO₂ do agregado calcário; e a partir dos 1100°C, inicia a sinterização. Costa [50] destaca que, entre 200°C e 400°C, ocorre o fenômeno do lascamento explosivo. De acordo com Robert *et al.* [7], entre 1200°C e 1300°C os compostos a base de silicatos começam a fundir, e nesse instante alguns agregados apresentam expansão e liberação de gases aprisionados desde sua origem e formação. Mehta e Monteiro [1] citam que apenas em 900°C se dá a decomposição completa do C-S-H.

Essas mudanças descritas anteriormente podem ser usadas como indicadores de temperaturas máximas de exposição de elementos estruturais de concreto, com base no exame pós-fogo da microestrutura do concreto [4,6,10,18,20,22,26,27,29], e daí, servirem como importantes ferramentas da análise de integridade do concreto e das estruturas de concreto, no pós-incêndio, contribuindo de maneira significativa nos trabalhos de perícias após a ocorrência desses sinistros em estruturas de concreto.

Em relação aos agregados, conforme já exposto anteriormente, vale salientar que as alterações na microestrutura dependem da origem petrográfica deles [1,3,7,10,11]. Como os agregados utilizados nos concretos deste estudo têm predominância de quartzo, as alterações deles pela exposição ao calor seguem o decorrido anteriormente e ilustrado na Figura 22.

Para Berto e Oliveira [13], qualquer estudo que seja realizado para avaliar as estruturas de concreto em situação de incêndio que não levem em consideração a influência do traço (proporção e tipos dos constituintes do concreto) poderá produzir resultados errôneos. Por essa razão, no presente estudo, estão registrados os dados físicos que caracterizam os insumos utilizados no concreto. A estabilidade térmica dos agregados, também interferem no comportamento do concreto face ao fogo [7,9]. Simplesmente pela mudança litológica do agregado um concreto pode ter desempenho específico mediante ações térmicas [3,9].

No presente estudo buscou-se acompanhar as degradações da microestrutura do material após exposição ao fogo, nos diferentes níveis de temperatura abordados, por meio de análises morfológicas microestruturais (através do microscópio eletrônico de varredura-MEV) [4,6,7,10,22,23]; análise molecular por espectros Raman [18-20,27]; e estudos das fases cristalinas, através da difratometria de raios x (DRX) [10,18,19,22,29].

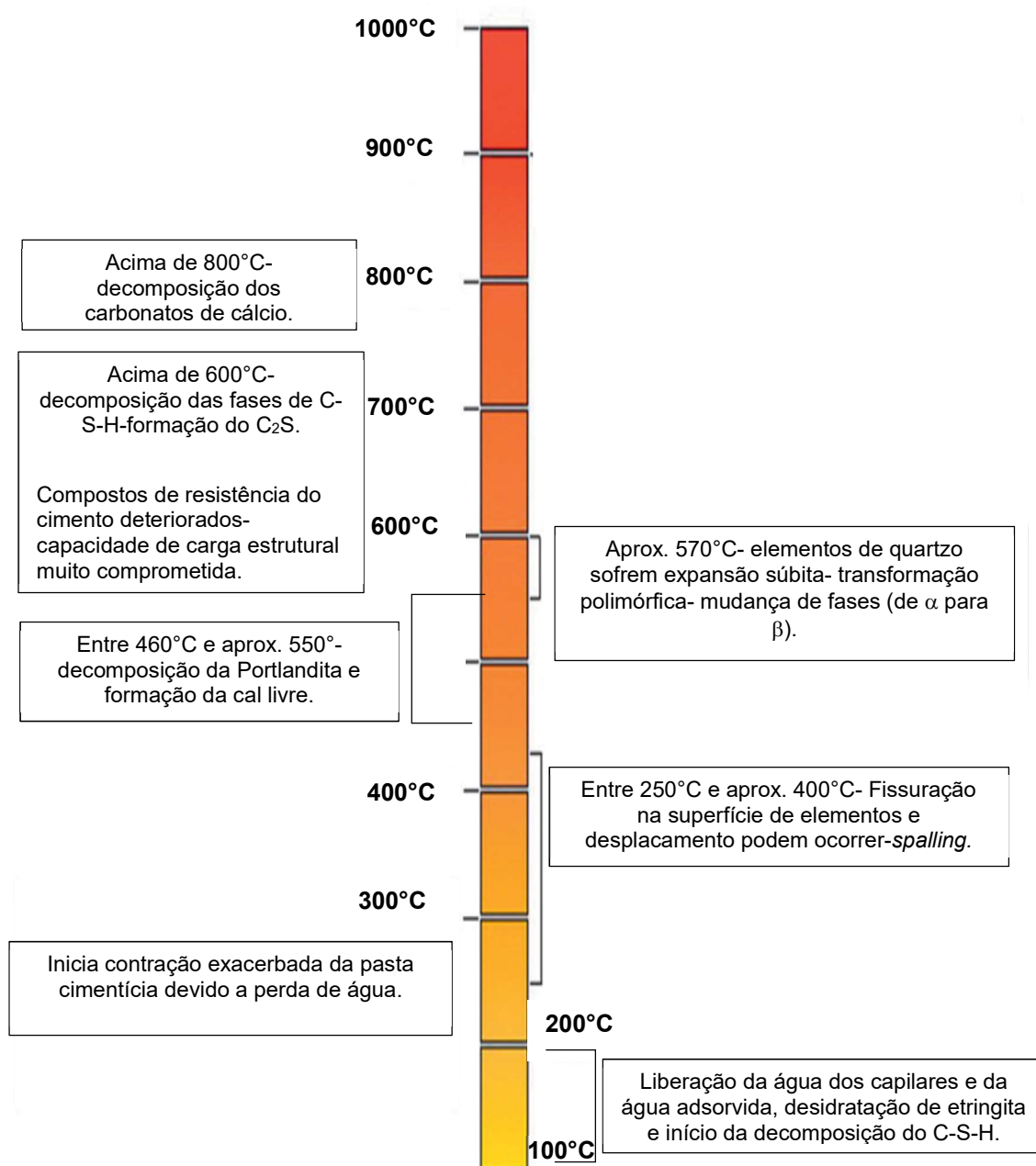


Figura 22 - Ilustração do processo físico-químico do concreto em situação de incêndio (Adaptado de Britez e Costa [3]).

3.3.1 Ensaio de ultrassom em concretos pós-incêndio

A NBR 15200 [15] enfatiza que, após um incêndio, a reutilização da estrutura está condicionada a uma vistoria, com verificação de sua capacidade de carga pós-fogo, o que pode levar a conclusão de que não há necessidade de recuperação da estrutura. As ações das perícias pós-incêndio devem ser feitas por profissionais devidamente qualificados e envolverem recursos tecnológicos que permitam a identificação das propriedades residuais [3,21,24,25,28,51-53].

O emprego dos ensaios não destrutivos (ENDs) associado ao estudo microestrutural do concreto aumenta o grau de precisão das análises no pós-incêndio [22,23].

As técnicas de ensaios não destrutivos têm se mostrado eficientes na avaliação do estado de conservação de estruturas, de forma menos invasiva e com respostas rápidas, podendo-se identificar problemas ainda em estágio inicial [51].

“Ensaaios não destrutivos são técnicas utilizadas na caracterização de equipamentos e componentes mecânicos para detectar e monitorar a presença de defeitos superficiais e internos sem comprometer a sua integridade física e o seu funcionamento” (ABENDI [52]). Ou seja, os ENDs possibilitam a avaliação de integridade estrutural de maneira não invasiva e não intrusiva, conforme relata Rhee *et al.* [53], que empregou a técnica de ultrassom na inspeção de pontes de concreto armado.

Os equipamentos de ensaios não destrutivos têm sido empregados com êxito para avaliar a integridade estrutural de estruturas de concreto no pós-fogo [9,14,25,26,54,55]. Na maioria dos estudos houve o uso do ultrassom e da esclerometria, dada a rapidez de resposta e a relativa facilidade de emprego [14,23,54,56].

Do exposto nos trabalhos de Alcaíno *et al.* [14], Stochino *et al.* [22], Aseem *et al.* [23] e Lorenzi *et al.* [51], em relação à aplicação de ensaios não destrutivos como suporte às atividades de análise de integridade estrutural, observa-se que todos os processos de detecção de defeitos precisam ser bem estudados e testados, requerendo validação por pessoas devidamente capacitadas. E havendo a combinação de técnicas, aumenta-se a eficácia nos resultados.

A associação entre os estudos da microestrutura e os ensaios não destrutivos de campo tornam possível uma avaliação mais segura da integridade estrutural do elemento no pós-incêndio [14,22,23,25,26]. Nesse contexto, o ultrassom é uma ferramenta alternativa que tem se mostrado bastante eficaz nos trabalhos de inspeção de estruturas de concreto armado pós-fogo [14,22,23,25,26,56], contribuindo em

diagnósticos mais confiáveis em relação aqueles que se restringem apenas a inspeção visual [21-23,52,53,57].

O ensaio de ultrassom baseia-se na transmissão de vibrações mecânicas, ondas sonoras de alta frequência, que se propagam no material inspecionado [52]-ver Figura 23.

O tempo de trânsito dessas vibrações entre dois transdutores (dispositivos piezoelétricos ultrassônicos), emissor e receptor, é captado, obtendo-se assim a velocidade do pulso ultrassônico (VPU), e daí, fornecendo-se informações sobre o material [51,52] (Figura 24). Em geral, as ondas se propagam mais rapidamente em locais com menos vazios, ou seja, quanto mais denso é o concreto, maior será a velocidade de propagação da onda. Assim, no caso do concreto, pode-se determinar pelo ultrassom: falhas internas, ocorrência de trincas e vazios; presença de armadura, umidade; além de estimativa de resistência e módulo de elasticidade [22,23,25,26].

O tipo e qualidade do concreto interferem na VPU e no tempo de propagação da onda ultrassônica [58] (Figura 23). No caso de concretos degradados pela exposição a altas temperaturas decorrentes de incêndios, esses defeitos internos são detectados (especialmente trincas e vazios), pela redução de VPU [14,22,23,25,26].

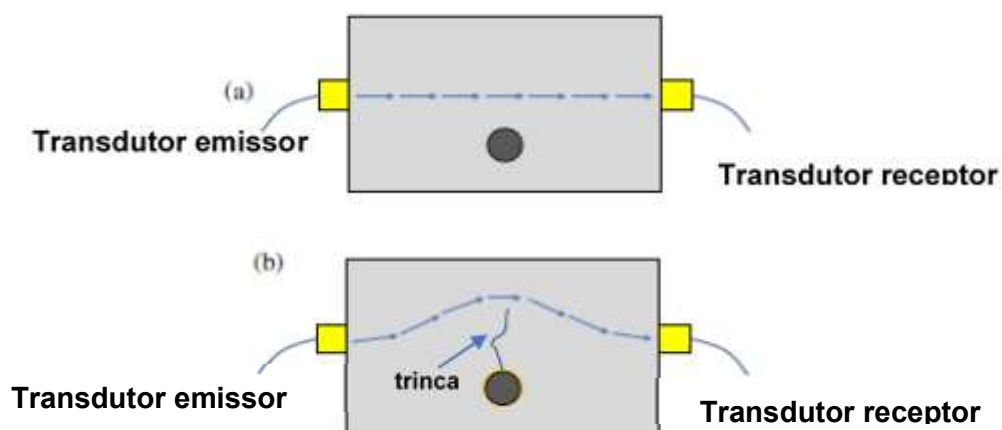


Figura 23 - Ilustração contendo diferença na propagação ultrassônica com e sem trinca: (a) propagação de ondas no interior do concreto sem fissura; (b) Propagação de ondas dentro do concreto com rachadura (adaptado de Chun *et al.*[58]).



Figura 24 - Caso de ensaio de ultrassom em protótipo de viga [58].

Vibrações mecânicas para serem consideradas ultrassônicas devem possuir frequência acima de 20000 Hz [52]. No caso do presente estudo, o equipamento de ultrassom utilizado tem transdutor de 54000 Hz, conforme será apresentado posteriormente (item 5.4).

A velocidade da propagação da onda é obtida a partir da relação entre a distância percorrida pelo pulso ultrassônico e o tempo registrado decorrido nesse percurso, conforme a Equação 2.

$$V = d1/T \quad \text{(Equação 2)}$$

Onde:

V = velocidade de propagação de onda (m/s), fornecida pelo equipamento;

d1 = distância entre os transdutores (m);

T = tempo de propagação de onda fornecido pelo equipamento (s)

No Brasil, a norma NBR 8802:2019 [59] trata da determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica no concreto endurecido. Nesse documento normativo tem-se as recomendações para realização desse ensaio.

Quanto ao posicionamento dos transdutores, o ensaio pode ser realizado de três formas diferentes: transmissão direta (a), indireta (b) e semidireta (c), conforme ilustrado na Figura 25. A primeira, é a mais recomendada por propiciar a transmissão máxima dos transdutores [60] (Figura 26). Já as outras duas são utilizadas nos casos em que a presença de obstáculos até chegar no elemento estrutural impede a aplicação da

transmissão direta, que é o que ocorre em lajes (Figura 27), pilares de canto e vigas sobre paredes [60].

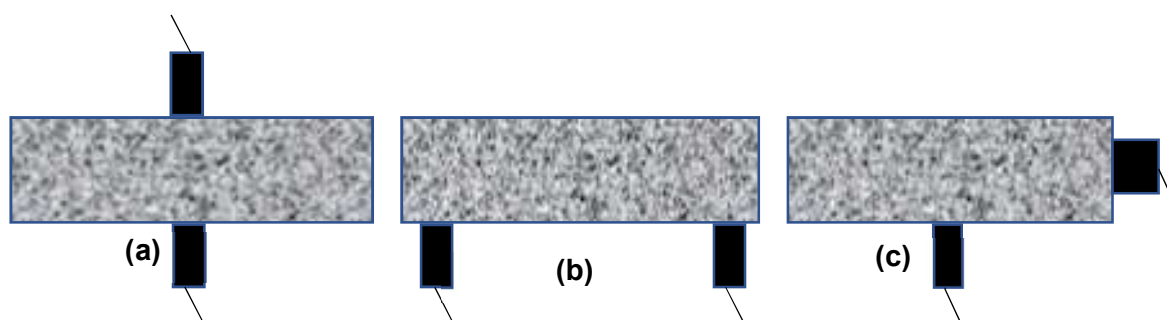


Figura 25 – Posicionamento dos transdutores: Transmissão direta (a), indireta (b) e semidireta (c).



Figura 26 - Caso de transmissão direta em ensaio de ultrassom de corpos de prova de concreto do presente estudo.



Figura 27 - Caso de transmissão indireta em ensaio de ultrassom no fundo de uma laje [58].

Os resultados referentes ao uso do ultrassom serão tratados no item 6. Já as características técnicas do equipamento utilizado serão abordadas no item 5.

3.3.2 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman é uma técnica usada para identificar os compostos químicos presentes nos materiais e com isso avaliar seu grau de degradação [18-20,27,38], a partir da análise da vibração e dos modos rotacionais de moléculas excitadas de um material [19].

Na espectroscopia Raman caracteriza-se o material pelo espalhamento inelástico de feixe de laser das moléculas excitadas [19]. Pois os fótons que elas emitem de volta, após esse estágio de excitação inicial, têm uma frequência maior (Anti-stokes) ou menor (Stokes) que a do fóton original do laser [38,61] (Figura 28).

Garg [38] salienta que apenas 1 em 10⁶ fótons são espalhados inelasticamente (espalhamento Raman), enquanto a maioria deles é espalhada elasticamente (Dispersão de Rayleigh) - ver Figura 28.

Em síntese, portanto, na espectroscopia Raman observa-se as alterações na frequência da luz de um feixe de laser incidente devido à sua interação com os modos de vibração de um composto [19,38]. A mudança da energia do feixe é específica para determinada molécula, ou seja, única para cada composto químico. Essa diferença de frequência corresponde ao deslocamento Raman (medidos em número de onda, cm^{-1}) [19,38,61].

O uso da espectroscopia Raman para verificar alterações químicas devido à exposição do concreto em altas temperaturas e daí contribuir para estimar sua resistência residual, foi observado ser exitoso em estudos recentes [18-20]. Em diversos outros estudos, a aplicação dessa técnica permitiu determinar as fases do concreto, avaliando-se os compostos químicos presentes no cimento (antes e depois da hidratação) e nos agregados, a partir da identificação dos deslocamentos Raman característicos de cada composto [36-39].

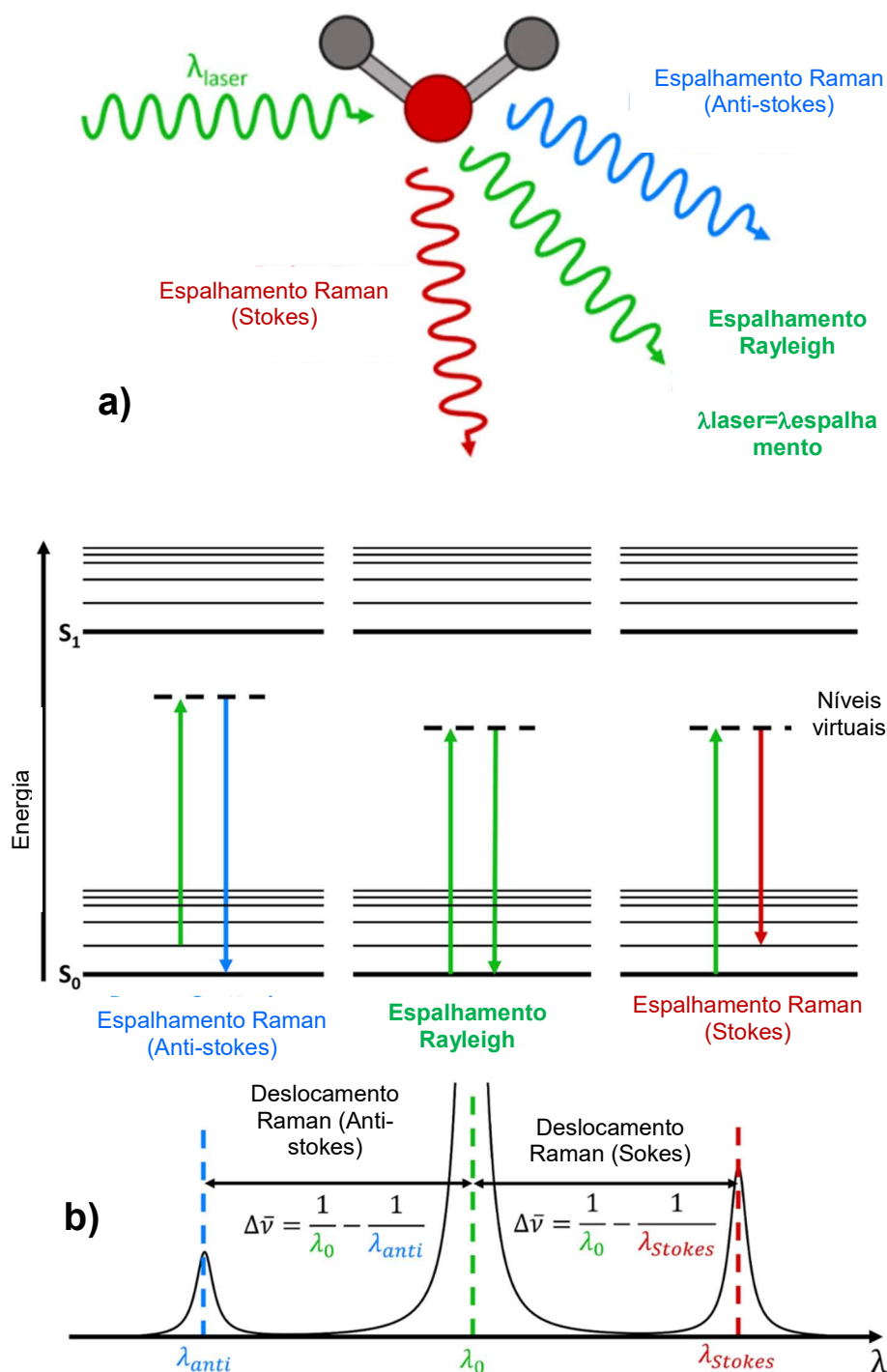


Figura 28 - Ilustração da interação de laser incidente com uma molécula e Espectro Raman correspondente (a); Ilustração da intensidade de espalhamentos dos fótons Stokes, Rayleigh e Antii-stokes (a) (adaptado de EDINBURGH INSTRUMENTS [61]).

Kerr *et al.* [20] salientaram que o uso da espectroscopia Raman é eficaz para avaliar a perda progressiva de integridade do concreto devido ao fogo, inclusive, podendo

vir a ser utilizada para estimativa de resistência residual pós-fogo em campo, com equipamento portátil, devendo haver sua correta configuração. Os espectros Raman apresentados na Figura 29, extraídos desse estudo, mostram uma redução de intensidade das bandas nos deslocamentos Raman em 709 e 1080 cm^{-1} , indicando decomposição do C-S-H e CaCO_3 com o aumento da temperatura, entre 500°C e 680°C.

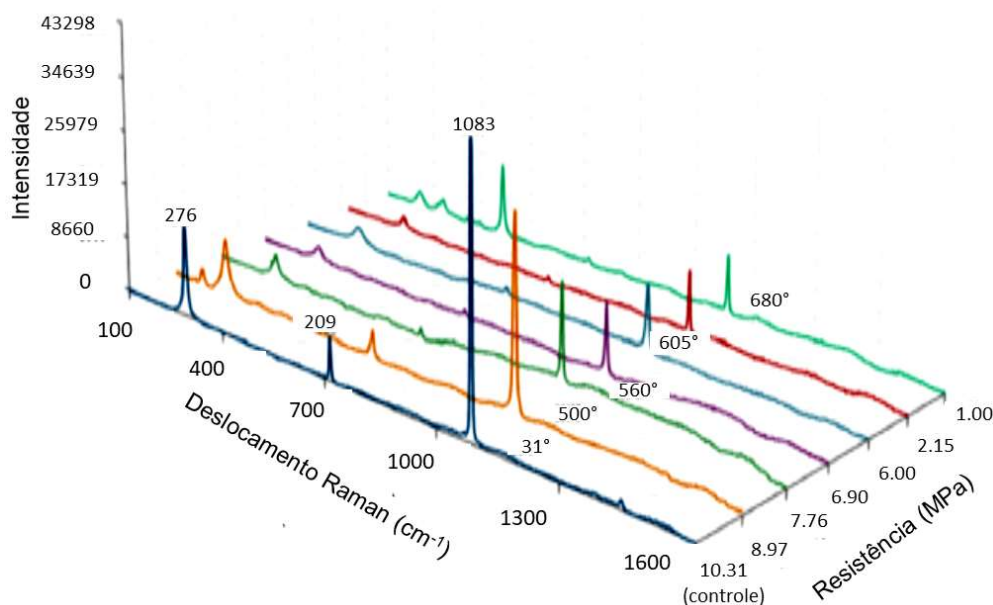


Figura 29 - Espectros Raman de amostras de Concreto de Kerr *et al.* [20] após aquecidas nas temperaturas de teste (Adaptado de Kerr *et al.* [20]).

Já Vetter *et al.* [18] consideraram a técnica com emprego promissor, no que diz respeito a fornecer um histórico de temperatura a que o concreto foi submetido, fazendo-se correlação com as mudanças ocorridas em fases do concreto, e, por conseguinte, contribuir na determinação da resistência à compressão residual.

No presente estudo, os espectros Raman obtidos da aplicação da técnica em amostras de concretos, com e sem aquecimentos, serão analisados no item 6. Os detalhes referentes as amostras analisadas, e ainda as especificações e configurações do espectroscópico utilizado serão abordados no item 5.

3.3.3 Difratometria de Raios X (DRX)

Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a de difração de raios x (DRX) é a mais recomendada para determinar as fases cristalinas presentes em

materiais [62]. A técnica é também chamada de difração de elétrons, devido a interação entre o feixe de raios X incidente e os elétrons dos átomos de um material [63].

A análise de difração de raios X em um material possibilita a identificação das suas fases cristalinas, dando informações sobre a estrutura e composição da amostra [18,19,24,29,64].

Pela incidência de um feixe de raios X sobre um material, tendo esse feixe um comprimento de onda de mesma ordem de grandeza das distâncias atômicas do material em que o feixe incide, ocorre o fenômeno da difração quando os raios X atingem planos cristalográficos em ângulos específicos [62,63]. A técnica consiste na incidência da radiação em uma amostra de determinado material e na detecção dos fótons que constituem o feixe difratado [19]. Portanto, em um material onde o arranjo atômico exibe uma formação regular e repetitiva, no espaço, característico das estruturas cristalinas, o fenômeno da difração de raios X ocorre nas direções de espalhamento que satisfazem a Lei de Bragg (Equação 3) [61,62]-ver Figura 30.

$$\sin\theta=\lambda/2d \quad \text{(Equação 3)}$$

Onde:

λ = comprimento de onda dos raios X incidentes;

d =distância entre os planos de átomos (distância interplanar) em que se dá a interferência construtiva dos feixes (Figura 28 (b));

θ = metade do ângulo entre o feixe difratado e a direção original do feixe (Figura 28 (b)).

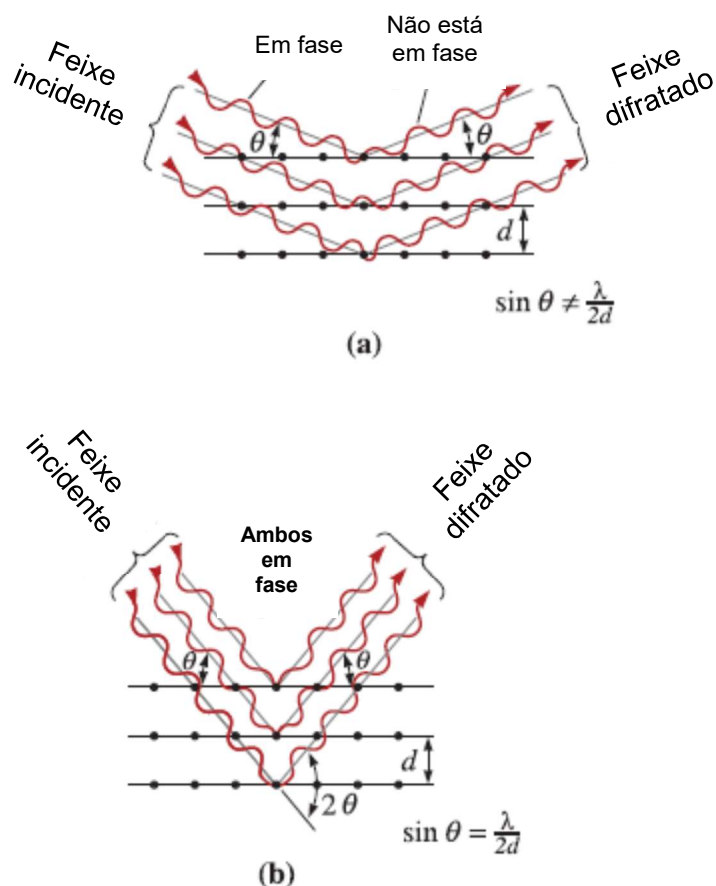


Figura 30 - Ilustrações de interações destrutivas (a) e construtivas (b) entre os raios X e o material cristalino [62].

No difratômetro tradicional de medida, as amostras estão sob a forma de um pó fino e há pelo menos algumas dessas partículas com planos orientados segundo o ângulo θ que satisfaça a Lei de Bragg [63], gerando-se um feixe difratado que produz um ângulo 2θ com o feixe incidente.

A captação do feixe difratado é feita por meio de um detector de raios X que registra os ângulos difratados [63]. “O padrão do difratograma de raios X de uma substância cristalina pode ser associado à sua “impressão digital”, pois cada material cristalino possui, dentro de certos limites, um único padrão de difração” (Dal Molin [62]).

Diversos estudos utilizaram o DRX como técnica para auxiliar na análise de integridade de concretos no pós-aquecimento, pela observação da presença, ou ausência, de fases cristalinas em amostras que foram expostas a altas temperaturas [10,18,19,22,24,29,64,65]. Em todos eles, observou-se ser possível acompanhar a

degradação dos constituintes do concreto com êxito, a partir das análises dos difratogramas.

No trabalho de Vetter *et al.*[18], por exemplo, foi possível observar que o uso combinado da espectroscopia Raman e do DRX permitiu maior confiabilidade na análise da decomposição do C-S-H de concretos após exposição ao calor, pela observação das intensidades de pico em $2\theta=22^\circ$. Os difratogramas de raios X de amostras de concreto desse estudo, após exposição as temperaturas de 550°C, 700°C, 750°C e 950°C, são mostrados na Figura 31.

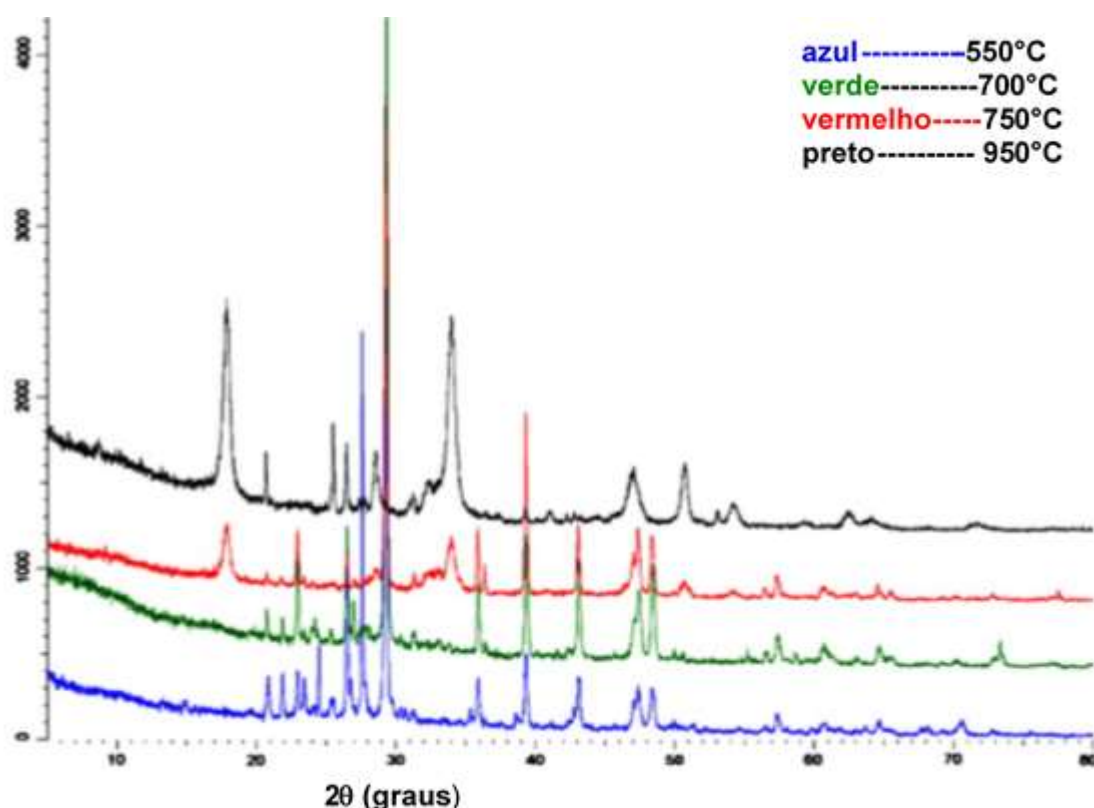


Figura 31 - Difratogramas de raios X de amostras de concreto do estudo de Vetter *et al.* [18], após exposição as temperaturas de 550°, 700°, 50° e 950° (adaptado de Vetter *et al.* [18]).

No presente estudo, os difratogramas obtidos do emprego da técnica em amostras de concreto, especialmente no pós-fogo, serão discutidos e analisados no item 6. O preparo das amostras para DRX, além das características e configurações do difratômetro serão abordados no item 5.

3.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é tido com um equipamento de grande versatilidade que permite a obtenção de informações da microestrutura de amostras de materiais [1,4-6,8,10,19,23,62]. Trata-se de um equipamento de grande utilidade para a investigação de informações topográficas como microfissuras, vazios e diferentes fases cristalinas e amorfas presentes em amostras de materiais, inclusive no concreto [3,4,10,19,23].

O aumento máximo obtido pelo MEV fica entre o do microscópio ótico e o do microscópio eletrônico de transmissão (MET). Normalmente, o aumento máximo para obtenção de boa imagem é da ordem de 10000 vezes [62]. A elevada profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional), aliada a possibilidade de combinar análise microestrutural com análise química, justificam o amplo uso atual da técnica [4,6,8,10,22,23,62].

Na Figura 32, por exemplo, Mehta e Monteiro [1], visando mostrar que a fase da pasta de cimento hidratada é densa em algumas regiões e altamente porosa em outras, apresentam na Figura 32 (a) regiões densas e altamente porosas. Na região porosa é possível encontrar cristais maciços das fases hidratadas (como agulhas de etringita) - Figuras 32(b) e 32(c) – por meio de micrografias eletrônicas de maior ampliação.

“A imagem eletrônica de varredura é formada pela incidência de um feixe fino de elétrons de alta energia na superfície da amostra, sob vácuo”, de acordo com Dal Molin [62]. Parte desse feixe é refletido (ver Figura 33), quando do contato com a amostra, sendo coletado por detectores que têm a função de converterem o sinal em imagem [19,62].

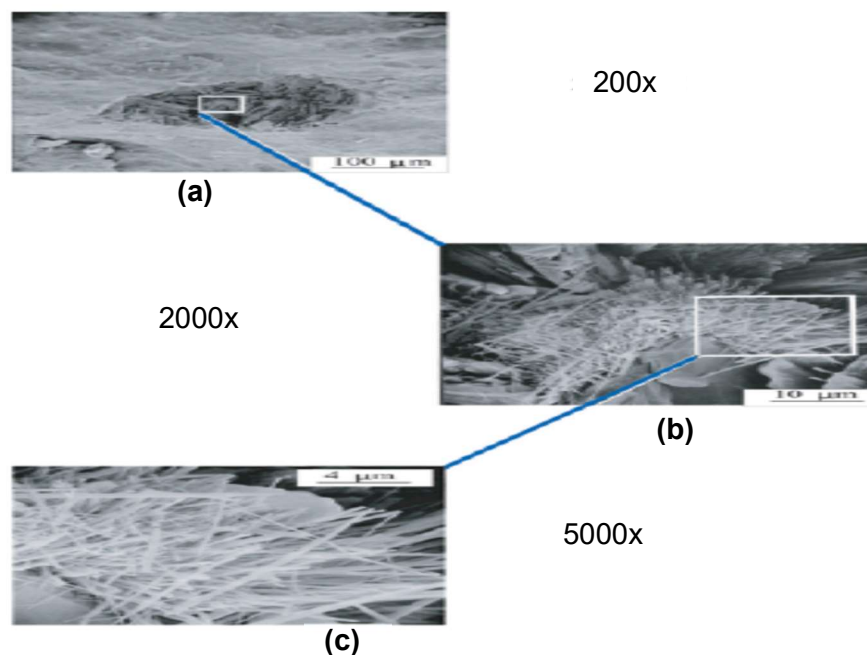


Figura 32 - Microestrutura de uma pasta de cimento hidratada por micrografia eletrônica: a) micrografia de região densa e altamente porosa (ampliação de 200x), b) micrografia de agulhas de etringita (2000x) e c) micrografia de agulhas de etringita (5000x) [1].

Na microscopia eletrônica de varredura os sinais de maior interesse para formação de imagem são os elétrons secundários e os retro-espalhados (ver ilustração da Figura 33). Os primeiros fornecem imagens da topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução; e, os segundos, fornecem imagem relacionada à variação de composição [62].

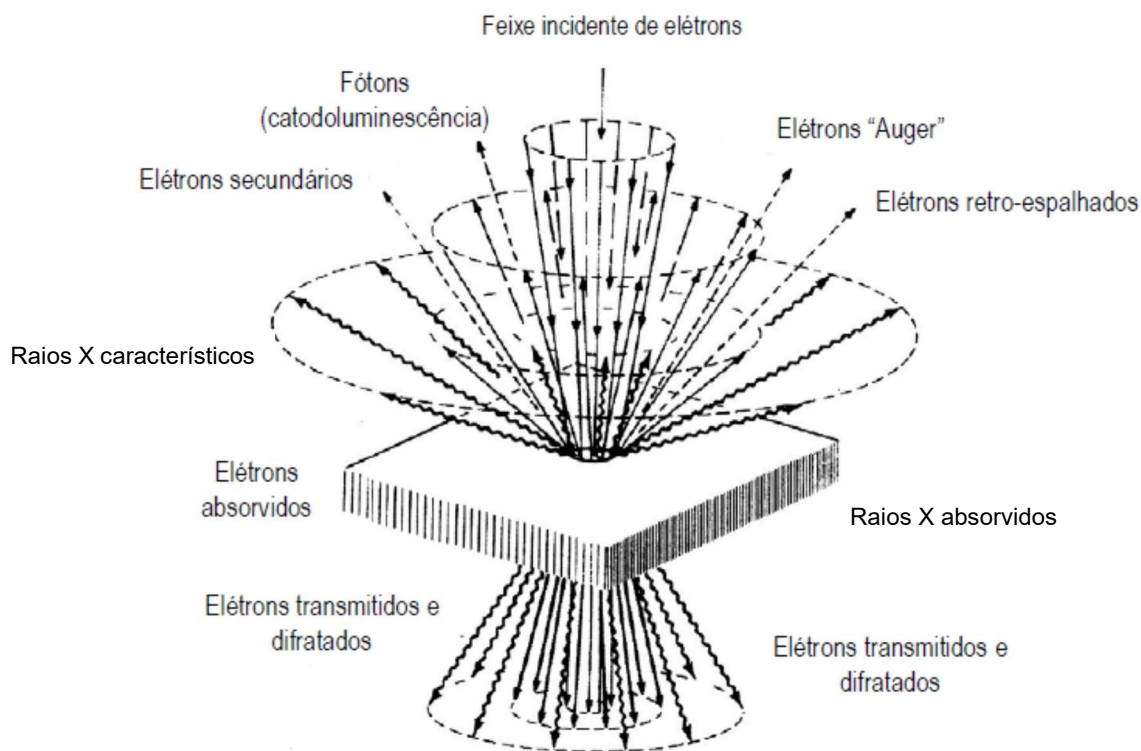


Figura 33 - Princípio de funcionamento do MEV (adaptado de Dal Molin [62]).

Ao microscópio eletrônico de varredura pode ser acoplado o sistema Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), que possibilita a determinação da composição qualitativa e semi-quantitativa das amostras, a partir da emissão de raios X característicos [62]. Normalmente os elementos de maior teor na amostra (acima de 10%, em massa) são identificados com elevada precisão. Na análise por EDS, considera-se que um elemento está presente em pequena quantidade se está entre 1 e 10%, em massa; e ainda, que há pequenos traços, se estiver com quantidade menor que 1% [62]. A imagem mostrada na Figura 34 corresponde a de uma amostra de concreto, obtida por MEV, com espectro obtido por EDS.

As imagens de MEV dos concretos avaliados neste estudo, serão analisadas no item 6. O preparo das amostras para o uso no MEV, além das características e configurações do equipamento serão abordados no item 5.

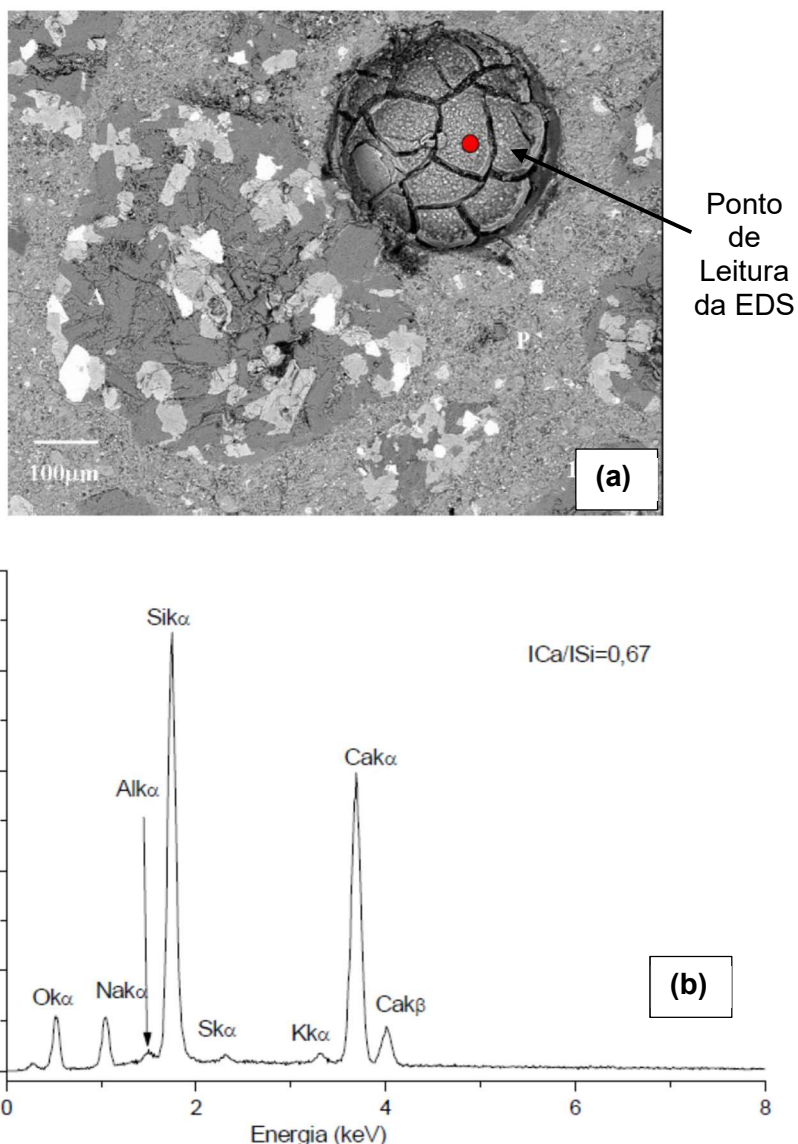


Figura 34 - Caso de imagem em MEV (a) e espectro EDS de amostra de concreto (b) [62].

Diversos estudos trazem o emprego de análises morfológicas para investigar o nível de severidade de incêndios [6,22-24] e com isso melhor balizar a definição dos trabalhos de intervenção pós-fogo. O uso do MEV em investigações visando acompanhar as fases do concreto e as degradações delas, especialmente, da pasta de cimento, após exposição a elevadas temperaturas, mostrou-se eficiente em muitos trabalhos [4,10,11,19].

4 REVISÃO DA LITERATURA

Apesar de ter havido importantes avanços em relação à segurança contra incêndio em edificações [16,28], há necessidade de mais estudos voltados à avaliação da integridade de estruturas em concreto pós-fogo [13,16,31,32]. Essa demanda é justificada, inclusive, pelos efeitos danosos ao desempenho e durabilidade das estruturas que esse sinistro pode acarretar [13]. Nesta perspectiva, os estudos a seguir revisados, aliados ao presente estudo de doutorado, contribuem para mitigar essa lacuna.

Fernandes *et al.* [24] realizaram um estudo, a partir de outros trabalhos, voltado às análises das alterações microestruturais que incidem no concreto submetido a altas temperaturas e das técnicas usadas para essas análises da microestrutura do material. Os autores destacaram que as alterações da microestrutura estão relacionadas com as características constitutivas do concreto e com processo do aquecimento. Constataram a potencialidade das técnicas microestruturais para as etapas de inspeção e recuperação de estruturas incendiadas. Foi observado que a integração entre tecnologias na caracterização da integridade do concreto, possibilita maior precisão do diagnóstico, e, como isso, maior eficiência e menor custo na terapia da estrutura incendiada. Os autores destacaram que a análise por MEV permitiu observar o surgimento de fissuras, vazios e alterações morfológicas nos compostos hidratados. E que a análise por DRX tornou possível a identificação da degradação dos compostos químicos constituintes das fases do concreto, sendo utilizada como indicadora do nível de degradação do material e da temperatura atingida num elemento estrutural [24].

Na linha de emprego de investigações microestruturais para avaliar a integridade estrutural de estruturas de concreto armado no pós-incêndio, Ehrenbring *et al.* [65] utilizaram a difratometria de raios X nos trabalhos de inspeção de uma laje alveolar pré-fabricada, pertencente a uma edificação industrial que sofreu exposição às altas temperaturas devido a um incêndio. O emprego da técnica tinha por objetivo contribuir na caracterização química do concreto, em diferentes profundidades ao longo da espessura da laje, e estimar a temperatura alcançada em cada camada analisada, para daí ter-se uma estimativa da perda de resistência do elemento estrutural. Após os ensaios concluiu-se que o impacto das altas temperaturas na resistência à compressão do concreto foi desprezível na região da armadura, onde as temperaturas foram inferiores a 100°C. Já nas camadas a 10 mm e 20 mm de profundidade, houve redução de resistência à compressão de, respectivamente, 70% e 25%, observadas pelos testemunhos de concreto extraídos da estrutura e ratificados pelas análises de DRX, estimando-se assim que o concreto tenha alcançado temperaturas da ordem de 700°C [65].

Stochino *et al.* [22], na avaliação da integridade pós-incêndio da estrutura em concreto armado de uma edificação industrial, utilizaram inspeção visual, ensaios destrutivos, equipamentos de ensaios não destrutivos de campo e análise da microestrutura do concreto no pós-fogo. Alguns testemunhos de concreto foram retirados dos pilares e lajes, e rompidos à compressão axial. Analisaram com o microscópio eletrônico de varredura (MEV) e com o microscópio ótico, amostras de concreto de vigas, lajes e pilares, visando investigar o grau de dano na microestrutura e o histórico de temperatura alcançada no material, pela identificação ou não dos compostos químicos presentes na pasta de cimento e nos agregados; além da presença de poros e trincas, na pasta e na interface pasta-agregados. O emprego do DRX possibilitou identificar mudanças na composição química dos constituintes do concreto, observando-se que a ausência da portlandita nos concretos de regiões mais visivelmente afetadas pelo incêndio, indicava a sua maior degradação térmica. Os dados integrados permitiram reconhecimento das zonas mais críticas da estrutura e otimizaram o processo de restauração da edificação [22]. Nota-se do estudo que a inspeção visual pode não ser suficiente para subsidiar a definição pela recuperação ou demolição da estrutura pós-fogo.

Aseem *et al.* [23] recorreram aos ensaios não destrutivos de ultrassom e esclerometria, à extração de amostras de concretos da estrutura e às análises microestruturais, com microscopia eletrônica de varredura, visando estimar as temperaturas de exposição a que foram submetidos elementos estruturais em concreto armado de uma edificação pós-incêndio. Os resultados mostraram que as medições de velocidade de pulso ultrassônico (VPU) podem ser correlacionadas com os resultados de resistência à compressão axial dos testemunhos de concreto, extraídos da estrutura incendiada, e assim estimar a resistência residual da estrutura de concreto submetida ao fogo. A análise da morfologia da microestrutura estava condizente com os baixos valores de resistência à compressão axial dos testemunhos de concreto e com as reduções de VPU desses concretos mais danificados [23]. No trabalho não se identificou a idade da estrutura incendiada.

Na linha de avaliar a eficiência de testes não destrutivos para verificar a resistência de concreto danificado pelo fogo, Rama e Grewal [25] desenvolveram um programa experimental utilizando o método do ultrassom e o método da esclerometria para verificar a resistência de concretos antes e depois de submetidos ao fogo. No estudo foram utilizados 12 corpos de prova cúbicos de 150 mm: três não aquecidos, e outros nove formando três grupos, com três corpos de prova cada um, aquecidos nas temperaturas de 250°C, ou de 500°C ou de 1100°C. Os resultados mostraram a relevância

das investigações pós-fogo para garantir que o concreto não teve redução de resistência. Em caso de incêndios com temperaturas mais elevadas, a previsão é que os danos sejam mais severos em comparação com um incêndio de pequenas proporções. Os testes realizados com o ultrassom confirmaram a extensão dos danos no concreto, que foram observadas também pelas leituras do esclerômetro [25].

Alcaino *et al.* [14] desenvolveram uma metodologia para análise de integridade de estruturas de concreto armado no pós-fogo, a partir de testes não destrutivos (ENDs) em corpos de prova cilíndricos, protótipos de vigas e de colunas. Os primeiros foram submetidos ao aquecimento, seguidos da ruptura à compressão. Antes e depois do aquecimento eles tiveram suas medições de VPU obtidas por meio do equipamento de ultrassom. Já as vigas e os pilares, antes e depois do processo de aquecimento, foram submetidos ao ultrassom e a esclerometria para verificar o índice esclerométrico (IE). As vigas e os pilares, após o aquecimento, foram submetidos à ruptura por flexão e a compressão axial, respectivamente. Os testes de compressão mostraram que os corpos de prova mais aquecidos tiveram menor resistência residual, compatível com o visto nas vigas e pilares. Neles a maior exposição ao calor reduziu tanto as cargas máximas, quanto os valores de VPU e de IE. A maior temperatura nos protótipos provocou maiores deformações tanto nas vigas quanto nos pilares. Pelo método apresentado por eles a classificação da estrutura entre possibilidade de colapso no pós-fogo baixa, moderada ou elevada, é definida pelos valores de R/R_0 (resistência residual) como sendo maior que 0,8; entre 0,6 e 0,8; e menor que 0,6, respectivamente (Tabela 1). Sendo R a estimativa de resistência do concreto de um elemento estrutural na região incendiada (definida a partir do valor da VPU ou do IE); e, R_0 , a estimativa da resistência do concreto de um elemento estrutural de mesmo tipo situado na região não exposta ao fogo. Os autores salientaram que esse método proposto por eles deve orientar decisões iniciais quanto às intervenções na estrutura danificada pelo fogo [14].

É importante destacar que o método não levou em conta forma e tamanho do elemento (relação entre superfície exposta e volume de elemento) – conforme discutido por Akca e Özyurt [31]. Além disso, nesse estudo a temperatura mínima alcançada nos elementos foi de 700°C. Os autores não informaram a idade dos concretos ensaiados e nem realizaram análises da microestrutura para confirmar degradação do material e melhor consolidar os resultados.

Tabela 1 - Classificação de Alcaino *et al.* [14] para vigas e colunas após incêndio, quanto a possibilidade de colapso em função da resistência residual.

	Coluna			Viga		
R/R_0	>0,80	<0,80 e >0,60	<0,60	>0,80	<0,80 e >0,60	<0,60
Condição estrutural	Segura	Atenção	Perigo	Segura	Atenção	Perigo
VPUD/VPUD ₀	>0,54	<0,54 e >0,29	<0,29	>0,63	<0,63 e >0,39	<0,39
VPUS/VPUS ₀	>0,35	<0,35 e >0,12	<0,12	>0,63	<0,55 e >0,30	<0,30
VPUI/VPUI ₀	>0,22	<0,22 e >0,05	<0,05	>0,37	<0,37 e >0,14	<0,14
$R/R_0 > 0,80$: baixa possibilidade de colapso; $0,80 < R/R_0 < 0,60$: possibilidade moderada; $R/R_0 < 0,60$: possibilidade de colapso elevada						

VPUD- medição direta de VPU pós-incêndio em elemento sinistrado;
 VPUD₀- medição direta de VPU pós-incêndio em elemento não-sinistrado;
 VPUS- medição semi-direta de VPU pós-incêndio em elemento sinistrado;
 VPUS₀- medição semi-direta de VPU pós-incêndio em elemento não-sinistrado;
 VPUI- medição indireta de VPU pós-incêndio em elemento sinistrado;
 VPUI₀- medição indireta de VPU pós-incêndio em elemento não-sinistrado.

Fonte: adaptado de Alcaino *et al.* [14].

O estudo de Hwang *et al.* [26] avaliou o dano à integridade de concretos devido à exposição ao calor, por meio da medição de VPU durante o aquecimento do concreto, e ainda a relação entre a VPU e propriedades do concreto após exposição a altas temperaturas. Foram moldados corpos de prova cilíndricos, de resistência convencional (30 MPa) e de alta resistência (70 MPa e 110 MPa). Foram determinadas a resistência à compressão e o módulo de elasticidade residual, além da VPU antes, durante e depois do aquecimento dos concretos. O concreto exposto a altas temperaturas manteve uma deformação residual após o resfriamento. As resistências à compressão e os valores de VPU, até 300°C, foram semelhantes aos da temperatura ambiente, indo ao encontro do que está consagrado e disponível na literatura por diversos autores [3,4,6,7,10,11,14,18,20]. A VPU do concreto após resfriamento é menor, uma vez que as trincas formadas no aquecimento se expandem, justificando a redução do módulo de elasticidade [26].

Pilai *et al.* [19] utilizaram estudos morfológicos da microestrutura, por MEV, além de análises de fases cristalinas, por DRX, e, molecular, por espectroscopia Raman, em amostras de concretos extraídas de corpos de prova que foram submetidos a testes mecânicos de tração e de compressão, após tratamento térmico a 120°C. Esses corpos

de prova permaneceram nessa temperatura por 1, 2, 3, 7, 14, 28 e 56 dias. Essas análises da microestrutura visavam identificar as alterações físico-químicas nas amostras. As análises em MEV permitiram acompanhar as formações de etringitas e monossulfatos de acordo com o tempo de exposição à temperatura de 120°C. Através do DRX foi possível acompanhar as variações das estruturas cristalinas, indicando-se os efeitos da duração do aquecimento (envelhecimento) no comportamento dos concretos. O emprego da espectroscopia Raman complementou o que foi observado pelo uso de DRX e pelo MEV, também mostrando as diferenças entre os espectros obtidos nas diferentes condições de envelhecimento térmico e composição dos concretos, permitindo-se observar o nível de degradação dos materiais pelas alterações nos espectros [19].

Akca e Özyurt [31] utilizaram o MEV no monitoramento das mudanças na morfologia do concreto de vigas (200 mm x 250 mm x 1800 mm) devido ao fogo e submetidas a diferentes tratamentos de cura no pós-fogo. Após resfriamento na temperatura ambiente, oito das vigas tiveram processo de re-cura por 28 dias (quatro com ar e quatro com água) e quatro serviram para determinar as propriedades mecânicas e análises microestruturais no pós-aquecimento sem cura. As vigas tiveram determinadas sua capacidade de carga na flexão a quatro pontos e a rigidez à flexão, além de análises em MEV de amostras extraídas desses elementos. Essas vigas tendo tamanhos mais próximos dos reais, permitiram melhor simular o comportamento de estruturas reais em casos de incêndios. As altas temperaturas de exposição causaram deterioração na morfologia e redução nas propriedades mecânicas residuais dos concretos, e, por conseguinte, da capacidade de carga das vigas não curadas (redução de 12%). Entretanto, a re-cura pós-fogo causou melhora nas propriedades mecânicas residuais e recuperação na microestrutura, especialmente notada pela recomposição do C-S-H, com recuperação aproximadamente de 15% na rigidez à flexão [31]. Nesse estudo os autores relataram a exposição das vigas ao aquecimento segundo a curva ISO-834, por 120 minutos, o que corresponde a estimativa de uma temperatura 1000°C no ambiente de ensaios. É importante notar que esse procedimento de re-cura não é observado nas atividades de intervenção pós-fogo, e sua aplicação deve exigir, entre outras coisas, rigoroso monitoramento da microestrutura do concreto e interdição da estrutura por mais tempo.

Estendendo-se a análise de elementos de concreto sob elevadas temperaturas, considerando-se três tipos de concretos, Hassan *et al.* [66] realizaram um programa experimental para investigar o efeito de diferentes níveis de temperatura e tempo de aquecimento (de 400° C e 600°C, por 60 min e 120 min) em vigas confeccionadas a partir

de três tipos de concreto (convencional, autoadensável e de alta resistência). Foram moldadas trinta e duas vigas de concreto armado tendo dimensões de 120 mm (largura) × 300 mm (altura) × 1400 mm (comprimento). As vigas de concreto autoadensável e de concreto de alta resistência exibiram boa resistência à formação de fissuras em comparação às de concreto convencional, quando expostas às temperaturas de 400°C e 600°C durante duas horas. As aberturas e a quantidade de fissuras foram maiores nas vigas de concreto convencional em comparação com as vigas executadas com os outros dois tipos de concreto [66].

Zhang *et al.* [32] avaliaram o efeito de pré-danos no comportamento de vigas de concreto armado em situação de incêndio, com temperatura mínima de aquecimento no forno de 800°C. Os níveis de pré-fissuração e de deformações residuais das vigas foram estabelecidos a partir de diferentes níveis de cargas estáticas aplicadas nelas antes da exposição ao fogo. O estudo se deu em oito vigas divididas em dois grupos (grupo 1: 125 mm x 200 mm x 2650 mm; grupo 2: 250 mm x 400 mm x 5300 mm). Em cada grupo, três vigas foram pré-danificadas antes de aquecidas e uma foi aquecida sem pré-dano (servindo de referência). Todas as vigas foram dimensionadas para ruptura por flexão, tendo elevada armadura de cisalhamento. Os resultados mostraram que os danos gerados antes do aquecimento no forno por cargas de serviço têm pouca interferência sobre o aumento de temperatura do concreto próximo à superfície exposta ao fogo, e nenhuma influência significativa na temperatura das proximidades da armadura [32]. O que vai ao encontro de Akca e Özyurt [31], sobre a questão de se prever maior temperatura máxima em corpos de prova de pequeno porte, em relação aos elementos com dimensões mais próximas dos reais.

Vetter *et al.* [18] empregaram a espectroscopia Raman para observar mudanças dos compostos químicos do concreto após a exposição a altas temperaturas, em especial o C-S-H. Corpos de prova cilíndricos de concreto, com 28 dias de idade, foram aquecidos até as temperaturas de 550°C, 750°C e 900°C. E resfriados na temperatura ambiente. O uso da espectroscopia Raman foi confrontado com a difração de raios X, para observar a eficiência da primeira na avaliação de danos térmicos ao concreto. Os picos referentes a identificação da portlandita foram mais facilmente identificados nos espectros Raman do que nos difratogramas. Os picos de DRX em $2\theta=22^\circ$ serviram para demonstrar o declínio do C-S-H, com a temperatura, observado nos espectros Raman. Essa decomposição também pôde ser comprovada pelos picos de DRX referentes a formação de C_3S e C_2S . A espectroscopia Raman mostrou-se uma ferramenta exitosa para rastrear as mudanças

nas fases do concreto pelo histórico de temperatura, e na sua resistência mecânica pós-fogo, pelas mudanças significativas nos espectros [18].

Kerr *et al.* [20] desenvolveram uma metodologia para avaliação da resistência à compressão residual do concreto pós-fogo usando espectroscopia Raman. As misturas de concreto utilizadas em laboratório foram expostas a diferentes cenários de incêndios (temperaturas variando de 500°C a 680°C). As amostras para espectroscopia Raman foram obtidas de corpos de prova pós-fogo e pós-testes de compressão. Paralelamente, foram obtidos espectros Raman de amostras de estruturas de concreto de um edifício comercial incendiado cinco dias antes, visando estimar a resistência residual dos concretos dessa estrutura e seu histórico de temperatura, pelo uso de curvas de correlação resistência à compressão residual (R/R_0) e relação de bandas CaCO_3/CSH obtidas dos espectros Raman. Os autores descrevem que a espectroscopia Raman pode ser usada para rastrear mudanças na composição química do concreto devido ao calor, e daí estimar a resistência residual, porém estudos devem ser desenvolvidos para otimizar sua aplicação, calibrando-se as curvas com outras misturas de concreto e outras temperaturas [20].

Sobre esse estudo é importante destacar que os autores não mencionaram as idades dos concretos no aquecimento dos corpos de prova, não consideraram classes de resistência distintas (outras relações a/c) e as temperaturas adotadas muitas vezes não são alcançadas em situações de incêndios reais.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Objetivando contribuir em uma melhor compreensão da sequência em que as atividades foram desenvolvidas para o alcance dos objetivos do presente estudo, elaborou-se o esquema apresentado na Figura 35.

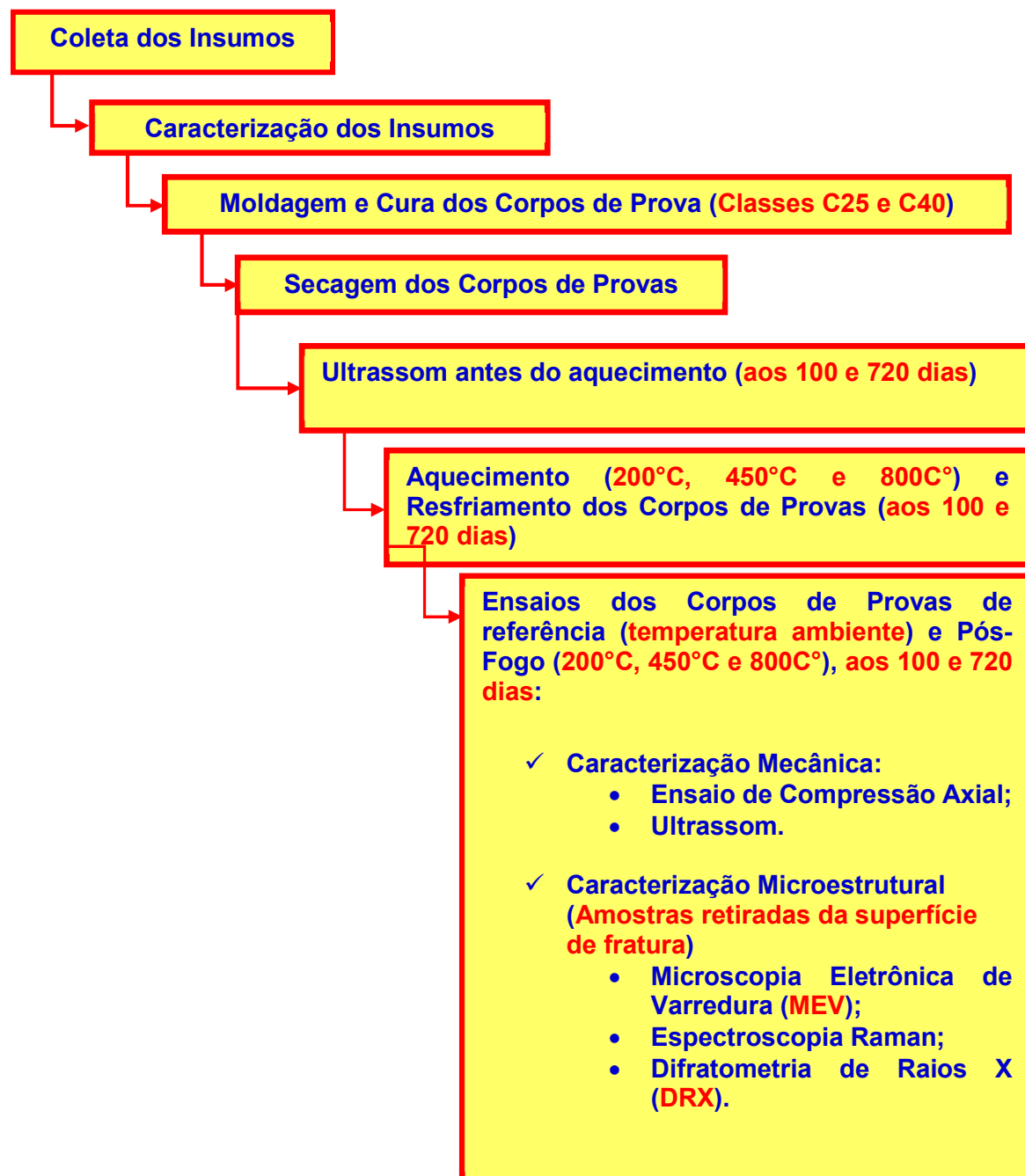


Figura 35 - Sequência das etapas e dos ensaios da pesquisa.

5.1 Materiais

Os estudos foram realizados em concretos produzidos com insumos oriundos de uma empresa de serviços de concretagem (concreteira), que fornece esse material para uso em estruturas de concreto armado de edificações da região sergipana, possibilitando assim reproduzir os concretos usados em edificações reais sob eventuais situações de incêndio. É importante informar que em virtude da produção mínima de concreto nas concreteiras ser de 3 m³, para a obtenção dos concretos que foram objeto deste estudo recorreu-se a mistura com betoneiras estacionárias em laboratório (Figura 36), uma vez que o volume de concreto necessário para cada classe de resistência investigada foi de apenas 146 litros.

Os concretos utilizados nos ensaios foram das classes de resistência C25 e C40, ou seja, foram concretos dosados para terem resistência mínima à compressão, aos 28 dias de idade, de 25 e 40 MPa, respectivamente, conforme estabelecido pela NBR 8953 [67]. Essas são resistências típicas de concretos tidos convencionais utilizados no Brasil. A proporcionalidade entre os constituintes do concreto (traço), seguiu o informado em documento oficial fornecido pela concreteira que cedeu os insumos, visando manter ao máximo possível as características dos concretos fornecidos por essa empresa para uso em estruturas de edificações reais.

Os insumos utilizados na produção dos concretos foram submetidos aos ensaios de caracterização mostrados na Tabela 2, o que é relevante tanto para o entendimento do comportamento térmico dos agregados [1,3,7,9,18,44] como para os procedimentos de dosagem do concreto [1,12]. O aditivo polifuncional (Muraplast FK 320) e o aditivo estabilizador de hidratação (Hydrakem Novakem) também foram utilizados na mistura dos dois tipos de concretos usados no presente estudo. A água utilizada na mistura foi a da rede de distribuição de água local.

Tabela 2 - Resultados dos ensaios de caracterização dos insumos.

Ensaio de Caracterização			
Insumos	Finura (ABNT NBR 11579:2012)	Expansibilidade a quente (ABNT NBR 11582:2018)	Tempo de Início de Pega (ABNT NBR 16607:2018)
Cimento Portland CP II F 40	Índice de Finura = 6,3%	0,3 mm	75 minutos
	Massa Específica Real (ABNT NBR 16917:2021)	Massa Unitária (ABNT NBR 16972:2021)	Granulometria (ABNT NBR NM 248:2003)
Agregado miúdo-areia fina natural	2,605 g/cm ³	1,930 g/cm ³	Dmax=2,4mm
Agregado miúdo-areia artificial de gnaiss	2,667 g/cm ³	1,300 g/cm ³	Dmax=2,4mm
Agregado graúdo- brita 0 (gnaiss)	2,643 g/cm ³	1,400 g/cm ³	Dmax=12,5mm

Fonte: o autor.

5.2 Produção dos corpos de prova

A mistura dos concretos ocorreu em betoneira estacionária de 400 litros, conforme NBR 12655 [68] (Figura 36). A proporção entre os insumos (traço), conforme dito anteriormente, obedeceu ao que foi fornecido pela concreteira que fez a cessão desses materiais. A relação água/cimento foi de 0,65 e 0,53, para os concretos das classes C25 e C40, respectivamente.

Após as misturas, os corpos de prova cilíndricos (100 mm x 200 mm), foram moldados seguindo o preconizado na NBR 5738 [69] (Figura 37). Decorridas 24 horas, os corpos de prova foram desmoldados, sendo a seguir curados por imersão pelo período de 30 dias [70,71] (Figura 38). Em seguida eles foram colocados para secagem na temperatura ambiente até a idade de exposição ao fogo (Figura 39). Na Figura 38, a

imagem também mostra alguns corpos de prova prismáticos que não foram utilizados no presente estudo, mas sim em estudo correlato desenvolvido por Nunes [72].

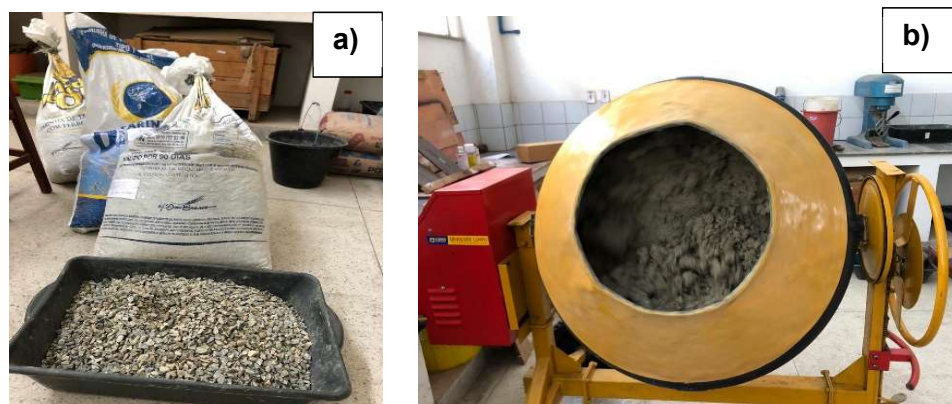


Figura 36 - Insumos separados e pesados (a) para mistura na betoneira de 400 litros (b).



Figura 37 - Concretos após lançamento nos moldes cilíndricos.

Para cada classe de resistência, foram moldados quarenta corpos de prova cilíndricos, pois os estudos ocorreram em duas idades (100 e 720 dias), resultando-se em um volume de 146 litros de concreto para as duas classes de resistência, já sendo considerado 15% de perdas de material, comum nesse procedimento de mistura.



Figura 38 - Corpos de prova cilíndricos, e prismáticos de um estudo correlato [72], em tanque para cura úmida por imersão.



Figura 39 - Corpos de prova em secagem na temperatura ambiente até a idade de exposição ao fogo.

As investigações foram feitas em duas idades de referência distintas (100 dias e 720 dias), buscando avaliar a influência dos quesitos maturidade, umidade e grau de hidratação do concreto no seu comportamento frente ao fogo [1,3,7,30]. Os estudos também se deram com análises em três temperaturas de teste (200°C, 450°C e 800°C), no intuito de verificar as transformações físico-químicas que ocorrem no material [3,4,6,7,10,11,18], e, por conseguinte, os efeitos nas propriedades mecânicas do concreto, em especial na resistência à compressão.

Por fim, é importante salientar que para cada idade tomada como base, cinco dos corpos de prova, de cada classe de resistência, foram de referência, sendo assim não

foram aquecidos e foram utilizados para verificação das umidades e resistência à compressão em cada idade, além de serem bastante úteis nas análises comparativas das alterações da microestrutura.

Para cada grupo de estudo, apresentados na Tabela 3, foram moldados cinco corpos de prova para os ensaios.

O número de corpos de prova moldados, para cada uma das classes de resistência e em cada idade, foi de vinte (cinco, não expostos ao fogo, e, quinze, expostos às temperaturas de aquecimento escolhidas para análise). Os quinze corpos de prova aquecidos formaram três grupos de estudo, cada grupo contendo cinco corpos de prova que foram expostos a cada um dos níveis de temperatura citados anteriormente (Tabela 3). Um outro grupo foi formado pelos cinco corpos de prova que serviram de referência.

Tabela 3 - Descrição dos grupos de estudo, classes C25 e C40, de acordo com a temperatura de aquecimento, nas idades de 100 e 720 dias.

Classe de Resistência		Grupo de estudo			
		Referência	200°C	450°C	800°C
C25		C25REF	C25200	C25450	C25800
	Nº de corpos de prova/idade	5	5	5	5
C40		C40REF	C40200	C40450	C40800
	Nº de corpos de prova/idade	5	5	5	5

- C25REF e C40REF: grupos formados pelos corpos de prova de referência (não aquecidos), de classe de resistência C25 e C40, respectivamente;

- C25200 e C40200: grupos formados pelos corpos de prova de aquecidos na temperatura de 200 °C, de classe de resistência C25 e C40, respectivamente;

- C25450 e C40450: grupos formados pelos corpos de prova de aquecidos na temperatura de 450 °C, de classe de resistência C25 e C40, respectivamente;

- C25800 e C40800: grupos formados pelos corpos de prova aquecidos na temperatura de 800 °C, de classe de resistência C25 e C40, respectivamente.

Fonte: o autor.

É importante esclarecer que essas idades acima descritas são as de aquecimento dos corpos de prova.

5.3 Aquecimento dos corpos de provas

Os corpos de prova foram aquecidos em um forno de queima de blocos cerâmicos (Figuras 40 e 41) de uma indústria de produtos cerâmicos situada na cidade de Itabaina-SE. O monitoramento da temperatura no interior dos fornos e na superfície dos corpos de prova ocorreu com o auxílio de um termômetro infravermelho-pirômetro (modelo MT 395 A-MINIPA) e de uma câmera infravermelha-termôgrafo (FLIR- série T-modelo T-640) (Figura 42), e se deram, na maior parte do tempo, pela abertura da janela superior do compartimento do forno onde estava ocorrendo a queima (Figura 41). No forno, para cada uma das idades, os concretos foram submetidos a exposição ao fogo até o alcance das temperaturas de teste (200°C, 450°C e 800°C), nelas ficando por, no mínimo, 100 minutos, podendo chegar a 120 minutos, visando degradar o material nessa temperatura conforme curvas de ONGAH *et al.* [73]. Após isso, os corpos de prova foram resfriados ao ar livre até atingirem a temperatura ambiente, conforme mostrado na Figura 43.

A escolha das temperaturas alvo deste estudo se baseou na necessidade de observar as mudanças na microestrutura do material, que segundo a literatura é mais intensa a partir 400°C [4,6,7,10,11], chegando a degradação com perdas substanciais nas propriedades mecânicas em temperaturas da ordem de 600°C [14,17]. Além disso, muitos incêndios não levam ao concreto temperaturas maiores que 400°C [3,16,17,22,23,28], que embora não abordadas em vários estudos [14,18,20,31,32], também produzem degradação do material [4,6,7,10,11,18,20], necessitando assim de registros de suas características microestruturais, para melhor nortear decisões de intervenção nas estruturas pós-fogo, inclusive, por meio de MEV [4,6,7,10,22,23], espectroscopia Raman [18-20,27] e DRX [10,18,19,22,29].

A idade para realização dos testes (100 e 720 dias) além de seguir o recomendado pelo RILEM [70,71], acerca de ensaios com concretos em elevadas temperaturas ocorrerem em idade maior que 90 dias da moldagem, também buscaram avaliar a influência da idade do concreto no seu comportamento frente ao fogo [1,3,7,30], tendo em vista a variação nos quesitos maturidade, umidade e grau de hidratação do concreto.

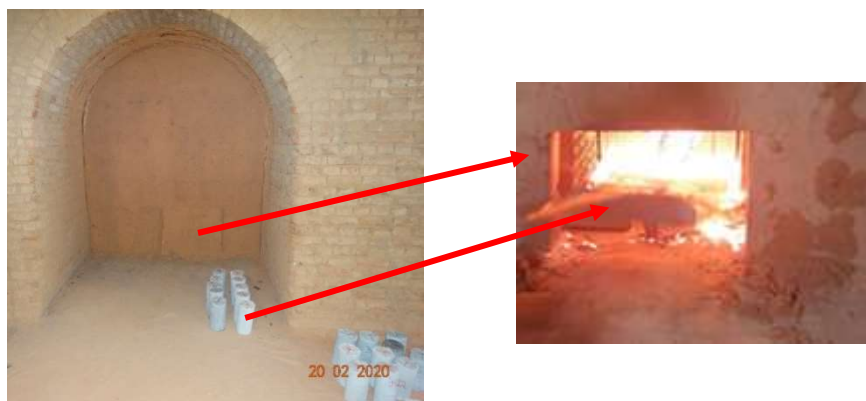


Figura 40 - Forno de indústria cerâmica utilizado no aquecimento dos corpos de prova: janela de acesso na porta do forno, criada para colocação dos corpos de prova.

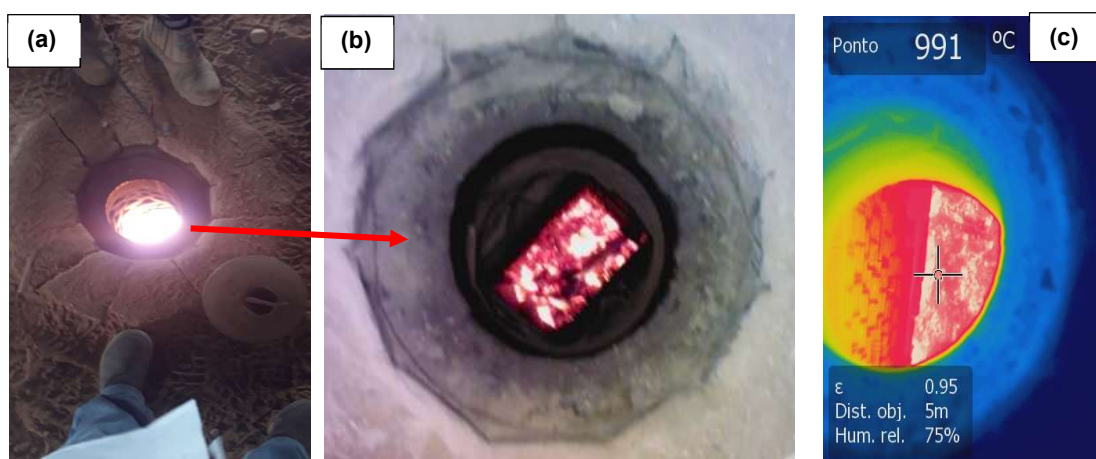


Figura 41 - Forno de indústria cerâmica utilizado no aquecimento dos corpos de prova: Janela de abertura superior do compartimento de queima usada para monitoramento de temperatura (a) e (b); Termografia medindo a variação de temperatura no interior do forno e na superfície de um corpo de prova (c).



Figura 42 - Termôgrafo e pirômetro usados para medição de temperatura (a); medição de temperatura em um corpo de prova dentro do forno após abertura da janela para sua remoção (b).

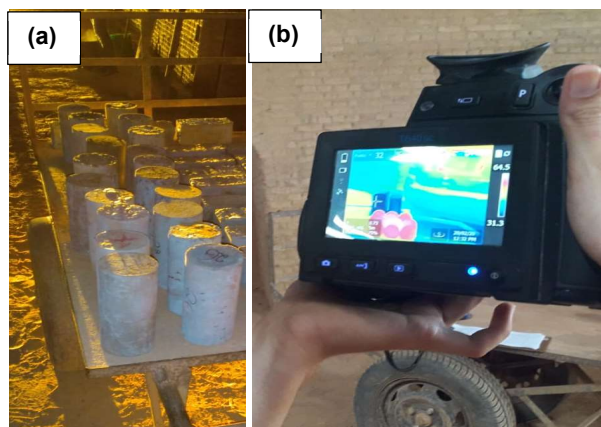


Figura 43 - Corpos de prova resfriando após saída do forno (a) com monitoramento de temperatura por termógrafo (b).

Os corpos de prova cilíndricos de referência, nas duas idades de aquecimento, tiveram sua umidade determinada pelo procedimento convencional de pesagem, obtendo-se seu peso antes e depois de serem colocados na estufa, onde ficaram por 24 h na temperatura de 100°C. A umidade média obtida é apresentada na Tabela 4.

Tabela 4 - Umidade dos corpos de prova nas idades de 100 e 720 dias.

Classe de Resistência	Umidade	
	100 dias	720 dias
C25	3,42%	2,12%
C40	4,30%	2,48%

Fonte: o autor.

5.4 Ensaios de ultrassom

Os corpos de prova de concreto, antes e depois de serem aquecidos no forno, foram submetidos às medições direta (Figura 44) da velocidade de propagação do pulso ultrassônico (VPU) através de aplicação de ultrassom, em ao menos três pontos da seção transversal, seguindo-se as recomendações do RILEM [74] e da NBR 8802 [59]. Essas medições possibilitaram avaliar as reduções da VPU de cada corpo de prova, após exposição ao fogo nos níveis de temperatura de teste, e nas duas idades de estudo. Além disso, permitiram tanto correlacionar a variação dessas velocidades com a dos resultados dos testes destrutivos de compressão mecânica, como também entre ambos e o observado nas micrografias, nos difratogramas e nos espectros Raman.

É importante salientar que as medições de VPU também ocorreram nos corpos de prova de referência (que não foram aquecidos).

O equipamento utilizado para as medições de VPU foi o *Pundit Lab+*, com transdutor de 54 kHz, da marca PROCEQ. Os componentes desse modelo de equipamento estão apresentados na Figura 45.

Antes das medições de VPU dos corpos de prova de concreto, através do equipamento de ultrassom, foram necessários ajustes das configurações iniciais do equipamento e calibração. Ajustou-se a frequência (que segue a frequência de transmissão/recepção identificada nos transdutores); a distância a ser percorrida pelo pulso ultrassônico (comprimento dos corpos de prova, após medições por paquímetro (Figura 44 (a)); a amplitude de tensão (380 V) e o n° de medições em cada posição dos transdutores (que, no presente estudo, foram dez).

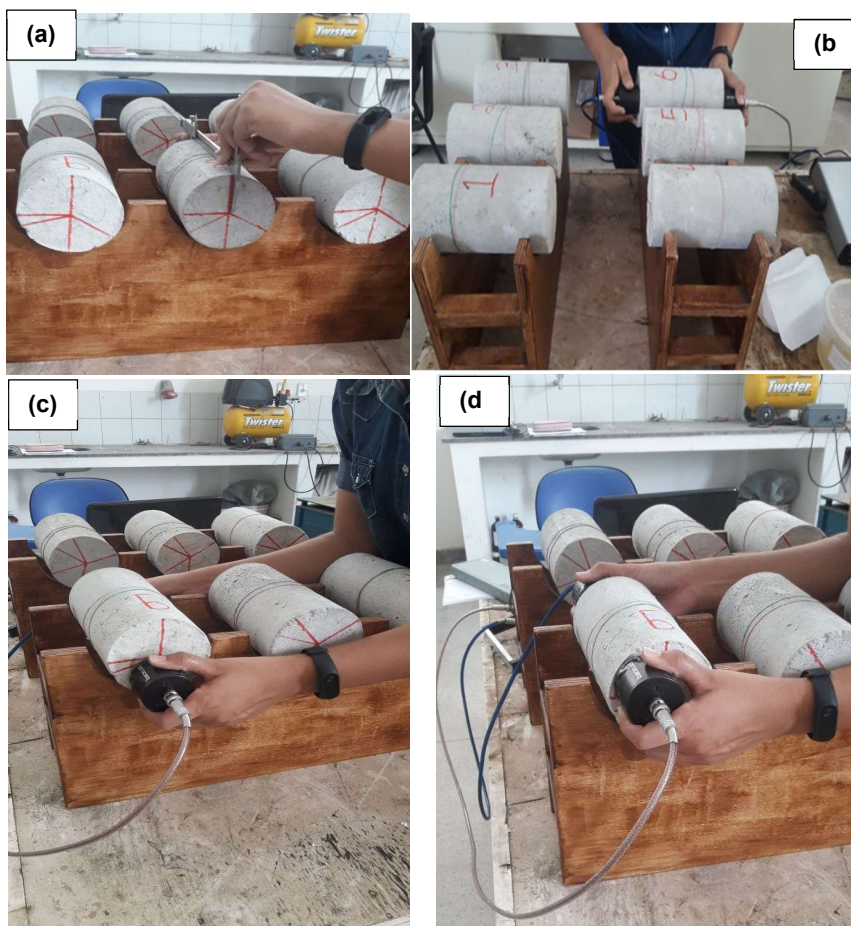


Figura 44 - Medição de comprimento dos corpos de prova por paquímetro (a); corpos de prova durante medição de VPU em posições diferentes da seção (b), (c) e (d).

No procedimento de calibração os transdutores foram acoplados ao bloco de calibração e verificou-se se a leitura de tempo do equipamento é compatível com a do bloco de calibração (no caso, 25,4 μ s), conforme mostrado na Figura 46.

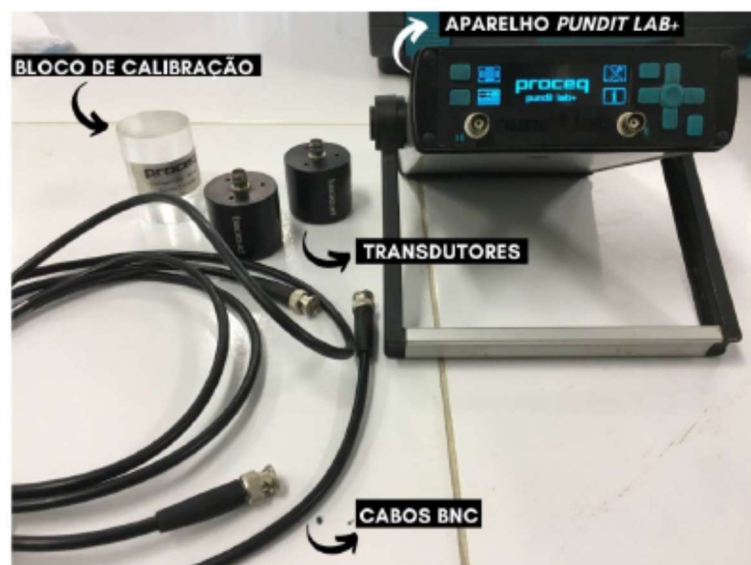


Figura 45 - Componentes do equipamento de ultrassom utilizado nas medições de VPU [75].



Figura 46 - Procedimento de calibragem do equipamento: no aparelho (a) [75] e pelo programa *Punditlink* (b).

Nas medições, para melhor acoplamento dos transdutores aos corpos de prova, utilizou-se acoplante celulósico. Os valores de VPU foram lidos a partir do programa *Punditlink*, instalado em computador (Figura 47).

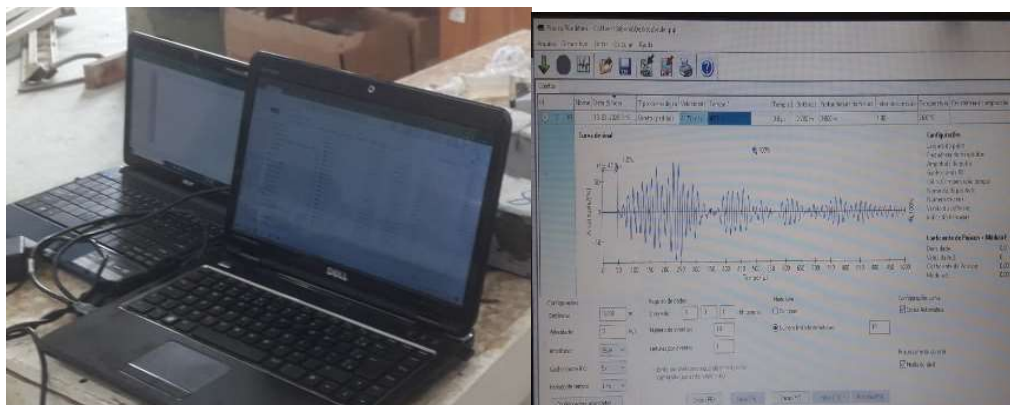


Figura 47 - Tela do programa *Punditlink* na medição de VPU em um corpo de prova.

5.5 Ensaio de resistência mecânica à compressão axial

Todos os corpos de prova cilíndricos foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão axial, seguindo o definido pela NBR 5739 [76]. Esses testes ocorreram na máquina universal de ensaios mecânicos MUE-100 (capacidade de carga de 100 tf), do Instituto Federal de Sergipe, ou em uma equivalente, no SENAI-SE (Figura 48) ou ainda do Departamento de Engenharia Civil da UFS (DEC-UFS).

Dos quarenta corpos de prova rompidos à compressão, em cada idade de aquecimento, trinta foram testados após aquecimento no forno e dez foram de referência. A ruptura desses corpos de prova objetivou avaliar o grau de redução na resistência dos concretos devido ao aumento da temperatura de exposição ao calor, e ainda analisar a influência da idade de secagem na resistência à compressão residual do concreto. Além disso, a partir desses resultados, buscou-se estabelecer uma correlação com a variação dos sinais do ultrassom; e ainda com os resultados da espectroscopia Raman, dos difratogramas e das imagens das amostras analisadas em MEV.

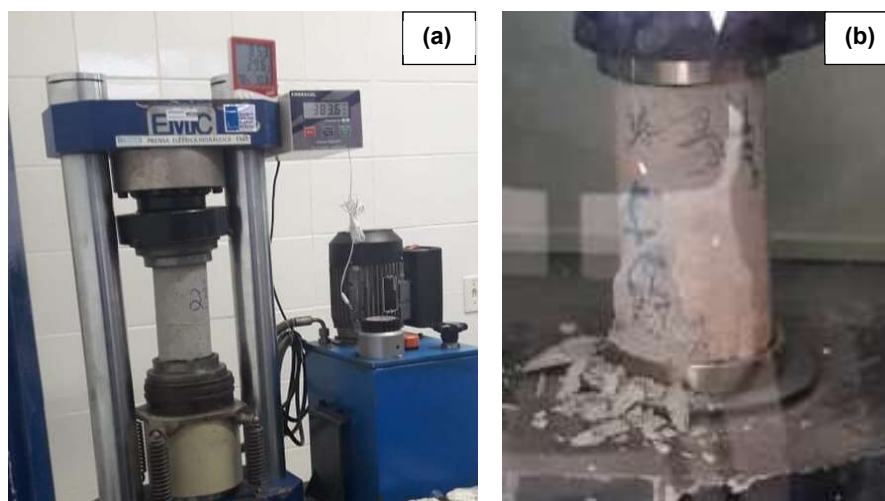


Figura 48 - Corpo de prova durante ensaio de compressão axial (a); corpo de prova rompido após ensaio de resistência à compressão axial (b).

5.6 Caracterização Microestrutural

5.6.1 Análise da morfologia microestrutural do concreto

Objetivando a análise da microestrutura dos corpos de prova de concreto, foram coletadas amostras da sua superfície de fratura (Figura 49), para avaliação no microscópio eletrônico de varredura (MEV JCM-5700 CARRY SCOPE ou MEV JSM-6510LV) (Figura 51), após secagem em estufa por 24 h (em 100°C) e metalização com alvo de ouro (Figura 50). A armazenagem até a realização das análises em MEV foi feita em dessecador com sílica em gel submetido ao vácuo.

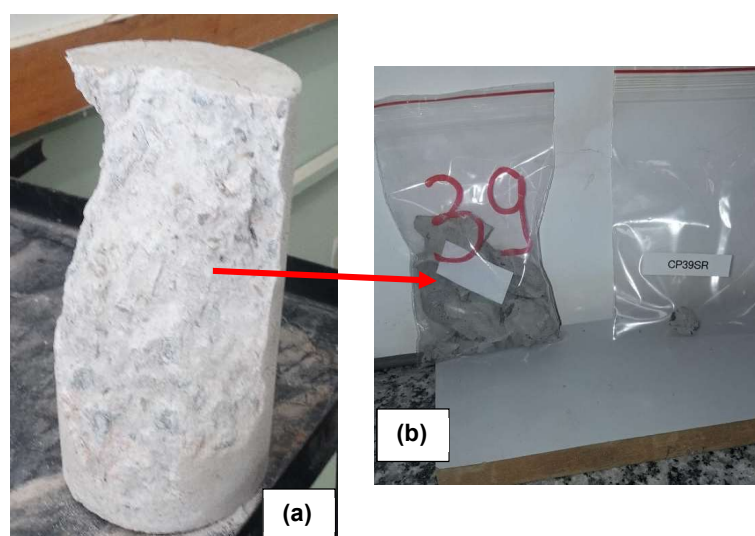


Figura 49 - Superfície de fratura de um corpo de prova rompido (a) e amostras para ensaios de caracterização microestrutural (b).



Figura 50 - Metalização das amostras para análise morfológica no MEV (a) e (b); amostras metalizadas posicionadas no porta amostras do MEV (c).

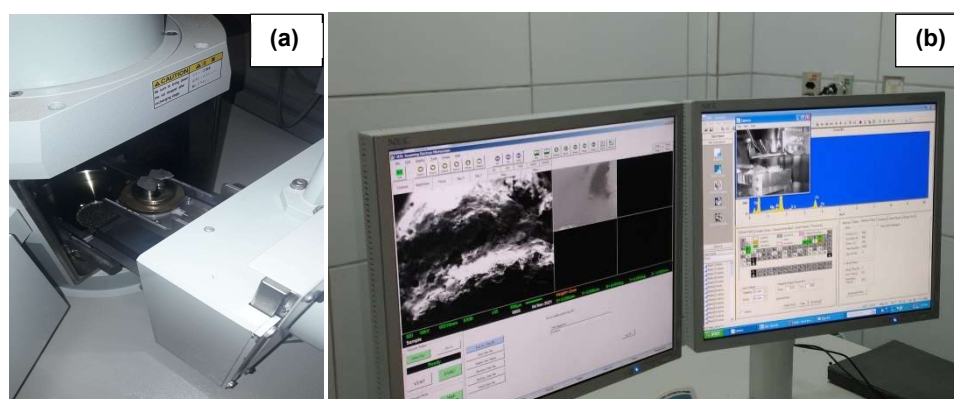


Figura 51 - Amostras no porta-amostras do MEV para análise morfológica (a); Imagem de amostra sendo analisada no MEV (b).

As amostras para análise no MEV foram retiradas de pontos situados até 3 cm das bordas, visando garantir que o concreto alcançou a temperatura alvo no intervalo de tempo de aquecimento considerado, conforme curvas de ONGAH *et al.* [73]-ver Figura 52. A maior aresta das amostras tinha 20 mm, limite estabelecido por razões técnicas do equipamento utilizado.

A varredura na amostra através do MEV teve por objetivo obter informações topográficas como microfissuras, vazios, diferentes fases cristalinas e amorfas presentes [4-7,10,19,23]. Desta forma, o intuito foi buscar identificar diferentes alterações morfológicas na microestrutura dos concretos em função da exposição ao fogo, o que tornaria possível revelar o nível de degradação das amostras e de severidade no processo de queima [3-7,10,11,23], a partir da ausência (ou degradação) dos principais produtos de hidratação do cimento [1,3,8,10,11,22] e do estado de deterioração dos agregados [6,7,9,11].

É importante destacar que também foram coletadas amostras dos corpos de prova de referência, visando contribuir nas análises das alterações morfológicas da microestrutura com o aquecimento.

Cumprе salientar que para as análises em MEV na idade de 100 dias, as amostras foram metalizadas na metalizadora DENTON VACUUM (Desk V), com alvo de ouro, e as microestruturas foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo JEOL (JSM-5700), com aceleração de voltagem de 15 kV. Para cada faixa de temperatura, e classe de resistência, foram examinadas ao menos duas amostras, inclusive para os grupos de estudo correspondentes aos concretos de referência.

Para as amostras de idade de 720 dias, a metalização se deu na metalizadora Kurt J. Lesker company 108, com alvo de ouro. Nessas idades as análises morfológicas ocorreram em microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo JEOL (JSM-6510LV), com aceleração de voltagem de 20 kV. O número de amostras avaliadas seguiu o mesmo critério descrito para as amostras analisadas na idade de 100 dias.

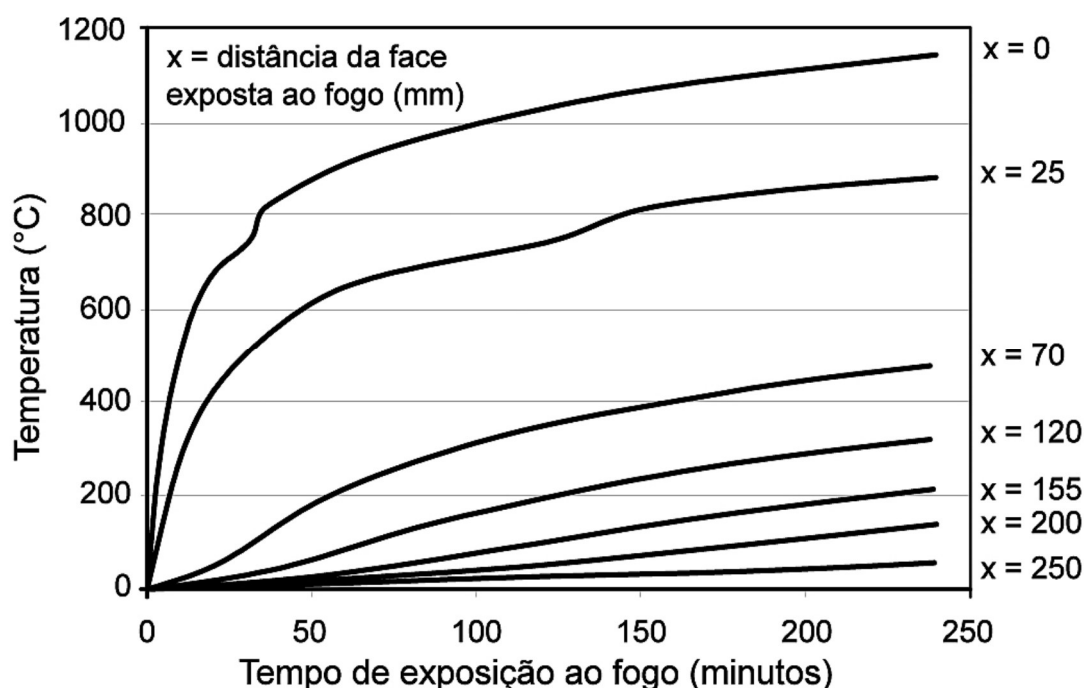


Figura 52 – Curvas de Ongah *et al.* (2002) [73]- Distribuição de temperatura em função da distância da superfície exposta ao fogo e do tempo de exposição ao fogo [3].

5.6.2 Análise molecular por espectroscopia Raman

O uso da espectroscopia Raman em ao menos três amostras de concretos de cada grupo de estudo, tanto nos de referência quanto nos expostos ao fogo em cada temperatura alvo, foi realizado visando contribuir na identificação dos produtos de hidratação do cimento após exposição as diferentes temperaturas de teste [6,18-20,27,35-39]. A técnica pode ser eficiente no rastreamento da decomposição de CSH e até mesmo de compostos de hidratação do cimento eventualmente não identificados pelo DRX [18], além de também identificar mudanças de fases do agregado [18,20,27].

Dessa forma, com o emprego da espectroscopia Raman buscou-se confirmar o observado nas micrografias, tornando possível avaliar a eficiência da técnica para estimar a temperatura alcançada pelo concreto, nas duas idades de aquecimento em estudo.

As amostras foram retiradas da mesma região dos corpos de provas descrita anteriormente para análise no MEV (item 5.6.1), pelo mesmo motivo lá exposto. Nesse caso foram empregadas amostras em pó.

Os dados foram coletados de ao menos três lugares em cada amostra, em pó, com o intuito de minimizar os efeitos de sua eventual não homogeneidade, e, posteriormente, foi calculada a média para criar um perfil Raman [18,20].

Para cada grupo de estudo (temperatura de aquecimento e classe de resistência), foram examinadas amostras de ao menos dois corpos de prova, exceto para os grupos correspondentes aos concretos de referência, dos quais foram extraídas amostras de apenas um corpo de prova, pois não deve haver variação nos espectros Raman de concretos não aquecidos. Isto é diferente do que pode ocorrer entre as amostras extraídas de corpos de prova aquecidos, a depender da posição e da exposição ao calor do fogo dentro do forno. Nesse caso há possibilidade de variações de degradação devido a gradientes de temperatura nas amostras.

Esses procedimentos descritos foram adotados para os corpos de prova de concreto das duas idades de aquecimento abordados no presente estudo.

Os espectros Raman das amostras foram obtidos com o espectroscópio Raman Dispersivo Senterra, fabricado pela Bruker Optik GmbH. As análises foram realizadas sobre duas amostras sólidas, em pó, que foram depositadas sobre lâminas de vidro (Figura 52). As varreduras foram feitas empregando um laser de diodo com comprimento de onda de 785 nm, na região de 100 a 1600 cm^{-1} . A intensidade do laser variou de 10 a 25 mW. O tempo de exposição foi entre 10 e 50 s. O tamanho de ponto de laser foi de aproximadamente 2 mm. E a grade holográfica no espectrógrafo tem resolução espectral de 3~5 cm^{-1} .

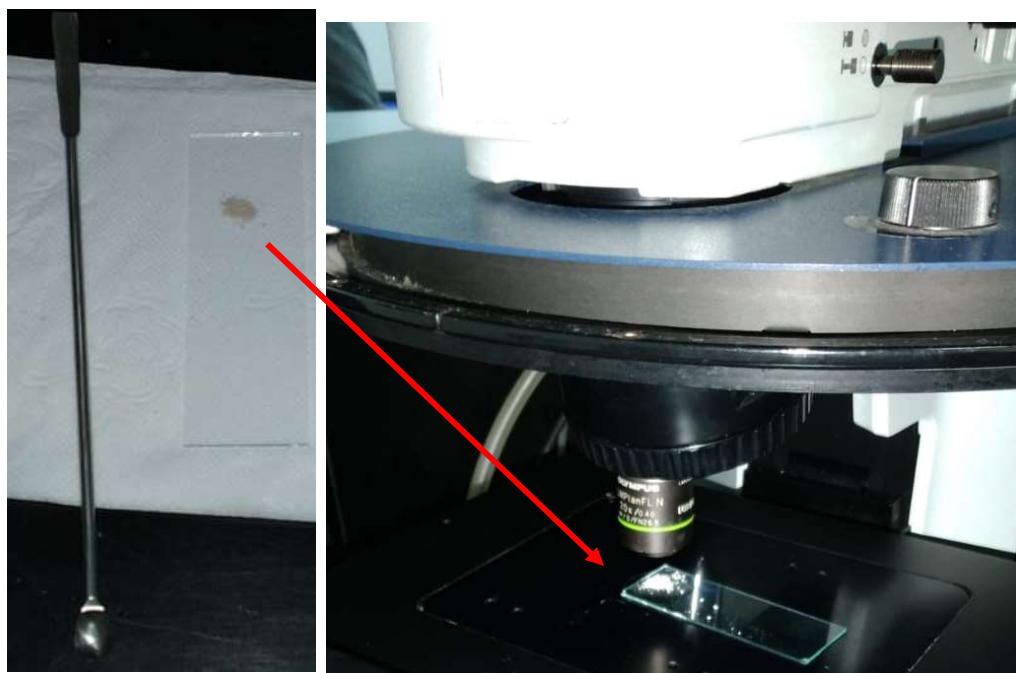


Figura 53 - Amostra no porta-amostras para uso no espectroscópico Raman (a); imagem de amostra posicionada sob feixe de laser incidente (b).

5.6.3 Estudos das fases cristalinas

Para complementar a análise qualitativa dos compostos químicos, foram feitas análises de DRX permitindo assim avaliar o efeito da temperatura nas alterações dos produtos hidratados do cimento, a partir das mudanças nas fases cristalinas [6,18,19,29]. As amostras também foram retiradas da mesma região dos corpos de provas descrita anteriormente para análise no MEV (item 5.6.1). Nesse caso, as amostras foram pulverizadas em almofariz, e por pistilo, até se obter o tamanho máximo de partícula de 150 μm passante na peneira #100 (Figura 53), e logo a seguir submetidas a análises no DRX.

Para fins de análise no DRX, foram examinadas amostras de ao menos dois corpos de prova em cada temperatura de aquecimento, referentes à idade de 720 dias. E ao menos uma amostra correspondente as temperaturas de 450°C e 800°C, das idades de 100 dias.

Em ambas as idades, para os grupos de estudo correspondentes aos concretos de referência, foram extraídas amostras de apenas um corpo de prova, pelo mesmo motivo citado no item 5.6.2.

É importante ressaltar que o objetivo nesta etapa do estudo, assim como em diversos outros [18,29,64], não foi o de fazer uma análise completa dos difratogramas, destacando cada pico, mas buscar acompanhar as principais alterações que ocorrem com o aumento da temperatura.



Figura 54 - Amostras em pó (almofariz e pistilo) na peneira #100 (a); Amostras no porta-amostras para uso difratômetro de raios X (b).

Os padrões de difração foram adquiridos num difratômetro Shimadzu LabX XRD-6000, conforme mostrado na Figura 54, empregando uma fonte de $\text{CuK}\alpha(\lambda=1,54 \text{ \AA})$

gerada a 30 kV e 40mA; em ângulo de difração 2θ na faixa entre 5° a 60° , com varredura em modo fixed-time, tendo passo de $0,02^\circ$ e velocidade de $2^\circ/\text{minuto}$.



Figura 55 - Amostra no difratômetro de raios X.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Variação da velocidade de pulso ultrassônico (VPU) com a temperatura e a idade

Os resultados médios das velocidades de pulso ultrassônico (VPU) mostrados na Tabela 5, tanto para os concretos da classe de resistência C25 como para os da classe C40, correspondem aos medidos antes e depois da exposição dos corpos de prova de concreto ao fogo, nas duas idades.

Tabela 5 - Velocidades médias de ondas ultrassônicas nos concretos C25 e C40, em m/s.

Grupo estudo	Antes do Aquecimento (V_0)*		Depois do Aquecimento (V_θ)	
	100 dias	720 dias	100 dias	720 dias
C25200	4169,79	4546,54	3908,04	4184,94
C25450	4185,38	4324,06	2975,21	3365,21
C25800	4200,59	4578,97	1684,95	1707,36
C40200	4588,05	4916,91	4348,79	4525,83
C40450	4621,08	4946,86	2853,36	3590,26
C40800	4670,71	4978,80	2092,08	2375,40

*Leituras obtidas nos corpos de prova antes do aquecimento.

Fonte: o autor.

O tratamento estatístico Anova - fator duplo com repetição, considerando 95% de confiança, foi utilizado para verificar se, do ponto de vista estatístico, houve variação significativa da velocidade média pelo aumento da temperatura de exposição ao calor e pela mudança na idade de secagem (Tabela 6).

Tabela 6 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para a VPU média em função da temperatura e das idades de aquecimento, para as classes de concreto C25 e C40.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
C25						
Amostra	2071852,42	1	2071852,420	4,250	0,047	4,149
Colunas	54901055,23	3	18300351,740	37,543	1,353E-10	2,901
Interações	235541,46	3	78513,821	0,161	0,922	2,901
Dentro	15598293,93	32	487446,685			
Total	72806743,04	39				
C40						
Amostra	2304609,17	1	2304609,170	4,033	0,053	4,149
Colunas	37166429,42	3	12388809,810	21,679	7,503E-08	2,901
Interações	638781,74	3	212927,246	0,373	0,773	2,901
Dentro	18287277,83	32	571477,432			
Total	58397098,15	39				

SQ=soma de quadrados total; gl=grau de liberdade total; MQ=quadrados médios (variâncias).

Fonte: o autor.

Os valores de F e a probabilidade de significância (valor-P), apresentados na Tabela 6, mostram que ocorre variação da VPU média em função do aumento da temperatura, para ambas as classes de resistência do concreto (na linha “colunas”, $F > F_{\text{crítico}}$ e $\text{valor-P} < 0,05$), e nas duas idades. Na classe de resistência C25, o tratamento estatístico apontou variação da velocidade de pulso ultrassônico entre as idades (F pouco maior que $F_{\text{crítico}}$).

Do exposto nas Tabelas 5 e 6, para as duas classes de resistência e nas duas idades, ocorreu redução da VPU média com o aumento de temperatura, conforme previsto na literatura [14,22,23,25,26].

Objetivando-se realizar as análises dos resultados de velocidades em termos de coeficientes de redução, definiu-se $KV\theta$ como sendo o coeficiente de redução da velocidade VPU do concreto com o aumento da temperatura de exposição, obtido conforme a Equação 4.

$$KV\theta = \frac{V_{\theta 1}}{V_0} \quad (\text{Equação 4})$$

Onde:

V_0 = velocidade média dos corpos de prova antes de aquecidos até uma temperatura θ (m/s);

$V_{\theta 1}$ = velocidade de cada corpo de prova aquecido até a temperatura θ (m/s).

Os valores de $KV\theta$ da Tabela 7, para cada temperatura em questão, foram obtidos pela média dos valores desse coeficiente referente a cada corpo de prova. Nessa tabela também estão descritos os desvios padrão desses coeficientes, correspondentes a cada grupo de estudo nas duas idades analisadas.

Tabela 7 - Coeficientes de redução de velocidade ($KV\theta$), para classes C25 e C40, nas idades de 100 e 720 dias.

Idade	classe de resistência	C25			C40		
	grupo	C25200	C25450	C25800	C40200	C40450	C40800
100 dias	$KV\theta$	0,94	0,71	0,40	0,95	0,62	0,45
	Desvio padrão	0,108	0,140	0,200	0,049	0,100	0,220
720 dias	$KV\theta$	0,92	0,78	0,37	0,92	0,73	0,48
	Desvio padrão	0,015	0,170	0,270	0,019	0,200	0,290

Fonte: o autor.

O tratamento estatístico de Anova - fator duplo com repetição, considerando 95 % de confiança, foi utilizado para avaliar o comportamento da redução dos valores de $KV\theta$ com a temperatura de exposição, para cada uma das idades.

Os valores de F e a probabilidade de significância (valor-P), apresentados na Tabela 8, indicaram que a variação do coeficiente $KV\theta$ com o aumento da temperatura é significativa, porém, o mesmo não ocorre mediante a mudança da classe de resistência do concreto (na linha “amostra”, $F < F_{crítico}$ e $\text{valor-P} > 0,05$). Ou seja, a redução da velocidade foi estatisticamente a mesma, para as duas classes de resistências estudadas, e nas duas idades.

Para determinar quais médias desses coeficientes são estatisticamente diferentes, com o grau de confiança de 95%, foi realizado o teste de Tukey, conforme disposto na Tabela 9.

Tabela 8 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para o coeficiente de redução de velocidade ($KV\theta$), nas idades de 100 e 720 dias.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
100 dias						
Amostra	0,012912	1	0,012912	0,483	0,494	4,260
Colunas	1,792360	2	0,896180	33,506	1,13 E-07	3,403
Interações	0,116548	2	0,058274	2,179	0,135	3,403
Dentro	0,641923	24	0,026747			
Total	2,563743	29				
720 dias						
Amostra	0,002231	1	0,002231	0,059	0,811	4,260
Colunas	1,269401	2	0,634701	16,710	2,84E-05	3,403
Interações	0,031819	2	0,015909	0,419	0,663	3,403
Dentro	0,911597	24	0,037983			
Total	2,215048	29				

SQ=soma de quadrados total; gl=grau de liberdade total; MQ=quadrados médios (variâncias).

Fonte: o autor.

Os pares analisados na Tabela 9 indicam que a diferença entre as médias de $KV\theta$ nas temperaturas de 200°C e 800°C é superior à diferença mínima significativa (DMS), para ambos os concretos em estudo e nas duas idades. Portanto, deve ter havido perda significativa de integridade do material entre essas duas temperaturas. Os valores de $KV\theta$ na temperatura de 800°C indicaram redução média de 57% na VPU, aos 100 e 720 dias, pouco abaixo do observado por Alcaíno *et al.* [14] e Hwang [26], que em seus estudos mostraram reduções superiores a 60% nessas faixas de temperatura.

Entretanto, entre as temperaturas de 450°C e 800°C, essa redução de VPU foi observada apenas na classe C25, nas duas idades. O que indica ter havido degradação progressiva do material entre esses dois níveis de temperatura para essa classe de resistência. A não observação desse mesmo decréscimo de VPU para os concretos da Classe C40 pode indicar que esse concreto (de menor relação a/c) teve degradação mais lenta.

Para ambos os concretos em estudo, e nas duas idades, as reduções de VPU nas temperaturas de 200°C e 450°C foram iguais, o que pode indicar não ter havido perda significativa de integridade do material até a temperatura de 450°C. Embora a redução média observada, nessa temperatura, tenha sido de 34% e 26%, respectivamente, nas idades de 100 e 720 dias. Esse primeiro valor é um pouco abaixo do que foi encontrado de redução no trabalho de Hwang *et al.* [26], que foi de aproximadamente 35%.

Tabela 9 - Comparativo entre as médias de KV₀ (teste de Tukey) e a diferença mínima significativa (DMS), nas idades de 100 e 720 dias, para cada par analisado.

Classe de resistência	Comparativo *	DMS	Diferença entre médias	Conclusão
100 dias				
C25	C25200 - C25450	0,258	0,226	Iguais
	C25200 - C25800	0,258	0,697	diferentes
	C25450 - C25800	0,258	0,470	diferentes
C40	C40200 – C40450	0,258	0,330	diferentes
	C40200 – C40800	0,258	0,500	diferentes
	C40450 – C40800	0,258	0,170	iguais
720 dias				
C25	C25200 - C25450	0,308	0,142	iguais
	C25200 - C25800	0,308	0,548	diferentes
	C25450 - C25800	0,308	0,405	diferentes
C40	C40200 – C40450	0,308	0,195	iguais
	C40200 – C40800	0,308	0,443	diferentes
	C40450 – C40800	0,308	0,249	iguais

*ver os valores correspondentes na Tabela 7.

Fonte: o autor.

Na Figura 55 observa-se que o coeficiente de redução, em cada nível de temperatura estudado, tem o mesmo valor para as duas classes de resistência. Sendo assim, ele independe da classe de resistência do concreto. Além disso, a linha de tendência traçada a partir dos pontos correspondentes as duas classes de resistência, nas duas idades, mostra uma relação linear entre as velocidades residuais e as temperaturas de exposição do concreto, com um coeficiente de determinação (R^2), na regressão linear, próximo de 0,97.

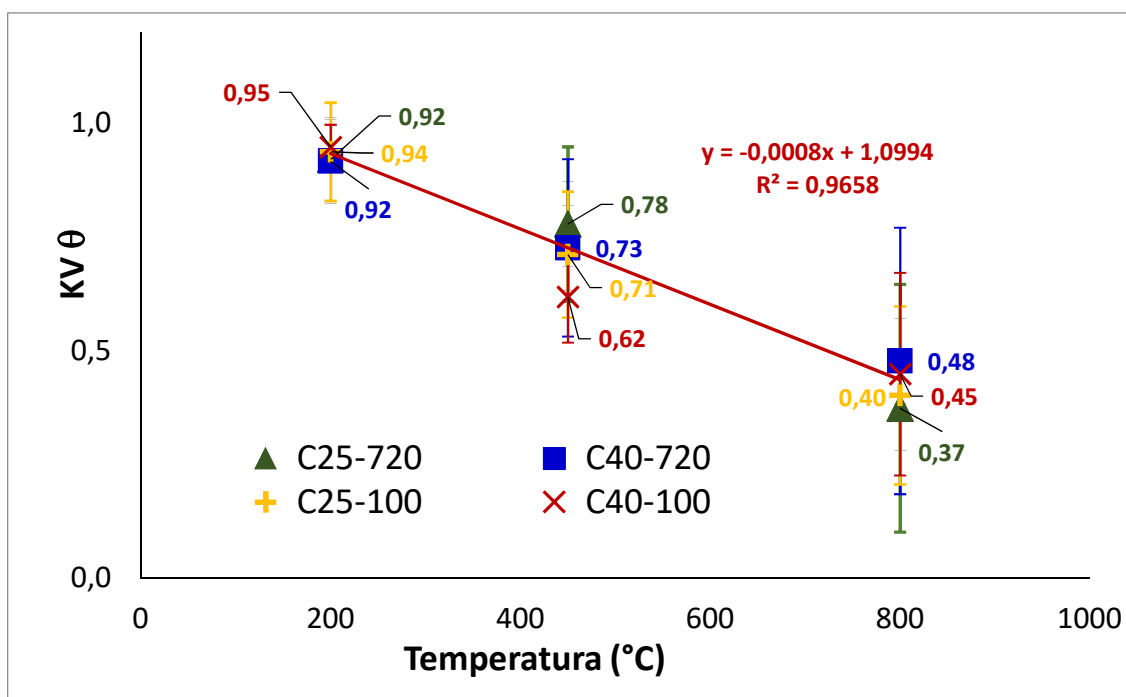


Figura 56 - Coeficientes de redução da VPU ($KV\theta$) com a temperatura.

6.2 Variação da resistência do concreto à compressão axial com a temperatura e a idade

Na Tabela 10 são apresentados os valores de resistência à compressão axial dos corpos de prova de concreto, tanto dos de referência (não expostos ao fogo) quanto dos submetidos ao aquecimento nas três temperaturas de exposição admitidas no estudo, para as duas idades consideradas.

O tratamento estatístico Anova - fator duplo com repetição (considerando 95% de confiança) foi aplicado objetivando verificar se houve variação estatisticamente relevante da resistência à compressão axial, para as classes de resistência C25 e C40, tanto em função da temperatura de exposição, quanto para as duas idades de aquecimentos consideradas neste estudo.

Os valores de F e a probabilidade de significância (valor-P), apresentados na Tabela 11, indicam que a variação da resistência média com o aumento da temperatura foi significativa, porém não foi com a idade, isso para ambas as classes de resistência do concreto abordadas (na linha “amostra”, $F < F_{\text{crítico}}$ e $\text{valor-P} > 0,05$). Observa-se ter ocorrido diminuição no valor da resistência média com o aumento de temperatura, em ambas as idades, acompanhando o que prediz a literatura [7,14,15,17,22,25].

Tabela 10 - Resistência à compressão axial média dos concretos C25 e C40, em MPa, aos 100 e 720 dias.

Grupo de Estudo	Resistência à Compressão – R ₀ (MPa)	
	100 dias	720 dias
C25REF	31,07	31,19
C25200	31,18	30,80
C25450	21,49	24,33
C25800	13,85	18,83
C40REF	58,25	50,96
C40200	55,36	50,59
C40450	42,35	42,54
C40800	35,76	29,08

Fonte: o autor.

Tabela 11 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para a resistência média à compressão em função da temperatura e das idades de aquecimento, para as classes de concreto C25 e C40.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
C25						
Amostra	35,853	1	35,853	1,756	0,194	4,149
Colunas	1523,829	3	507,943	24,914	1,67E-08	2,901
Interações	46,865	3	15,622	0,766	0,521	2,901
Dentro	652,413	32	20,388			
Total	2259,960	39				
C40						
Amostra	215,296	1	215,296	3,882	0,058	4,149
Colunas	3190,894	3	1063,631	19,176	2,67E-07	2,901
Interações	86,232	3	28,744	0,518	0,673	2,901
Dentro	1774,939	32	55,467			
Total	5267,360	39				

SQ=soma de quadrados total; gl=grau de liberdade total; MQ=quadrados médios (variâncias).

Fonte: o autor.

Análogo ao que se fez na análise de redução de VPU (item 6.1), definiu-se $KC\theta$ (Equação 5) como sendo o coeficiente de redução da resistência à compressão axial do concreto mediante aumento da temperatura de exposição.

$$KC\theta = \frac{R_{\theta 1}}{R_0} \quad (\text{Equação 5})$$

Onde:

R_0 = resistência média dos corpos de prova de referência (MPa);

$R_{\theta 1}$ = resistência de cada corpo de prova aquecido até a temperatura θ (MPa).

Os valores de $KC\theta$ da Tabela 12, para cada nível de temperatura, foram obtidos pela média dos valores desse coeficiente referente a cada corpo de prova. Nessa tabela também estão descritos os desvios padrão desses coeficientes, correspondentes a cada grupo de estudo.

Tabela 12 -Coeficientes de redução da resistência à compressão axial ($KC\theta$), para classes C25 e C40, nas idades de 100 e 720 dias.

Idade	Grupo de estudo	$KC\theta$	Desvio padrão	Grupo de estudo	$KC\theta$	Desvio padrão
100 dias	C25REF	1,00	-	C40REF	1,00	-
	C25200	1,00	0,08	C40200	0,95	0,04
	C25450	0,69	0,16	C40450	0,73	0,08
	C25800	0,45	0,15	C40800	0,61	0,18
	C25REF	1,00	-	C40REF	1,00	-
720 dias	C25200	0,99	0,16	C40200	0,99	0,05
	C25450	0,78	0,19	C40450	0,83	0,16
	C25800	0,60	0,12	C40800	0,57	0,28

Fonte: o autor.

Mais uma vez, utilizou-se o tratamento estatístico de Anova - fator duplo com repetição, considerando 95% de confiança, para avaliar o comportamento da redução dos valores de $KC\theta$ com a temperatura de exposição. Os valores de F e a probabilidade de significância (valor-P), apresentados na Tabela 13, indicam que a variação dos coeficientes $KC\theta$ com o aumento da temperatura é significativa (na linha “coluna”, $F > F_{\text{crítico}}$ e $\text{valor-P} < 0,05$). Porém a redução de resistência, para as duas idades

observadas, independe das classes de resistência do concreto (na linha “amostra”, $F < F_{\text{crítico}}$ e $\text{valor-P} > 0,05$). Isso foi análogo ao ocorrido com as reduções de VPU (Figura 55).

Na Figura 56 são mostrados graficamente esses coeficientes de redução de resistência relativos a cada nível de temperatura. Para determinar quais desses coeficientes médios são estatisticamente diferentes, com um grau de confiança de 95%, foi realizado o teste de Tukey (Tabela 14).

Tabela 13 - Indicadores estatísticos para a ANOVA- fator duplo com repetição para o coeficiente de redução de resistência ($KC\theta$) em função das classes de concreto, nas idades de 100 e 720 dias.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
100 dias						
Amostra	0,0140	1	0,0140	1,168	0,288	4,149
Colunas	1,5250	3	0,5080	41,650	3,700E-11	2,901
Interações	0,0670	3	0,0220	1,823	0,163	2,901
Dentro	0,3910	32	0,0120			
Total	1,9960	39				
720 dias						
Amostra	0,0004	1	0,0004	0,0183	0,893	4,149
Colunas	1,1320	3	0,3773	16,3300	1,291E-06	2,901
Interações	0,0100	3	0,0033	0,1440	0,933	2,901
Dentro	0,7390	32	0,0231			
Total	1,8820	39				

SQ=soma de quadrados total; gl=grau de liberdade total; MQ=quadrados médios (variâncias).

Fonte: o autor.

Os pares analisados na Tabela 14 mostram que, na idade de 100 dias, a diferença entre as médias de $KC\theta$ nas temperaturas de 200°C e 800°C, e de 200°C e 450°C, é superior à diferença mínima significativa (DMS) - análogo ao observado nas reduções de VPU para a temperatura de 800°C (item 6.1-Tabela 9). Isso ocorreu para ambos os concretos em estudo, havendo, portanto, redução de resistência com o aquecimento nesses dois níveis de maior temperatura em relação a temperatura de 200°C. O mesmo ocorre nos comparativos de $KC\theta$ entre as temperaturas de 450°C e a ambiente, e entre 800°C e a ambiente. O que já era esperado, dado o que já foi observado

para os valores $KC\theta$ entre essas duas maiores temperaturas em relação a temperatura de 200°C. Assim, esses resultados indicam ter havido degradação progressiva do material, nessa idade de 100 dias, com a elevação da temperatura até os níveis 450°C e 800°C.

Na idade de 720 dias, o teste de Tukey indicou diminuição da resistência com o aumento de temperatura, consoante com a literatura [3,6,9,14,15,16,23]. Porém, assim como ocorreu com a redução de VPU, para ambos os concretos em estudo, apenas houve redução da resistência com o aquecimento entre as temperaturas ambiente e 800°C e entre essa última e a de 200°C, indicando não haver dúvidas quanto a perda de integridade do material para aquecimento nesse nível de temperatura.

Análogo ao ocorrido com a redução de VPU, para as duas classes de resistência, os aquecimentos até as temperaturas de 200°C e 450°C resultaram, estatisticamente, na mesma redução de resistência do concreto. Isso pode indicar não ter havido perda significativa de integridade do material até a temperatura de 450°C, para os concretos aquecidos na idade de 720 dias.

Não houve redução significativa na resistência do concreto para o aquecimento até a temperatura de 200°C, nas duas idades e para ambas as classes de resistência, uma vez que os coeficientes de redução de resistência são estatisticamente iguais aos da temperatura ambiente (grupos C25REF e C40REF). Isso indica que não houve comprometimento da integridade do material até o aquecimento nesse nível de temperatura, conforme previsto na literatura [4,6,7,10,11].

Na Figura 56, a linha de tendência traçada a partir dos pontos correspondentes as duas classes de resistência mostra um comportamento linear na relação entre $KC\theta$ e as temperaturas de aquecimento tratadas no presente estudo, com um coeficiente de determinação (R^2) próximo de 0,97.

Pelo tratamento estatístico adotado (Tabelas 13 e 14), não foi possível afirmar que houve redução de resistência com o aumento de temperatura, até a temperatura de 450°C, para as duas idades e classes de resistência. O que pode ser justificado pela variação de degradação dos corpos de prova de concreto durante a queima nessa temperatura alvo de 450°C, decorrente da variabilidade de temperatura no forno na idade de 720 dias. Ou ainda por eventuais heterogeneidades dos corpos de prova de concreto desse grupo de estudo. Entretanto, nos trabalhos de Zhang *et al.* [4] e Hager [11] observa-se que a maior redução de resistência, decorrente da decomposição do C-S-H, ocorre em temperaturas na faixa situada aproximadamente entre 550°C e 750°C. Além disso, a redução de resistência média (de 29%) na temperatura de 450°C está consoante com o

apontado nos estudos de Rama e Grewal [25] e Robert *et al.* [7], que informaram perda de resistência nessa temperatura, respectivamente, de aproximadamente 25% e 35%.

Na temperatura de 800°C, os valores médios de redução de resistência revelados pelos KC0, que foram de 50%, aos 100 dias, e de 42%, aos 720 dias, indicam perdas de resistência próximas das observadas nos trabalhos Alcaino *et al.* [14] e Rama e Grewal [25].

Por outro lado, pode-se constatar que a redução de resistência independe das classes de resistência do concreto tratadas neste estudo, nas duas idades, conforme apontado pela ANOVA e pelo gráfico da Figura 56.

Tabela 14 - Comparativo entre as médias de KC0 (teste de Tukey) e a diferença mínima significativa (DMS), nas idades de 100 e 720 dias, para cada par analisado.

Classe	Comparativo *	DMS	Diferença entre médias	Conclusão
100 dias				
C25	C25REF - C25200	0,261	0,0034	iguais
	C25REF - C25450	0,261	0,3085	diferentes
	C25REF - C25800	0,261	0,5544	diferentes
	C25200 - C25450	0,261	0,3119	diferentes
	C25200 - C25800	0,261	0,5578	diferentes
	C25450 - C25800	0,261	0,2459	diferentes
C40	C40REF - C40200	0,261	0,0495	iguais
	C40REF - C40450	0,261	0,2730	diferentes
	C40REF - C40800	0,261	0,3860	diferentes
	C40200 - C40450	0,261	0,2234	diferentes
	C40200 - C40800	0,261	0,3366	diferentes
	C40450 - C40800	0,261	0,1132	iguais
720 dias				
C25	C25REF - C25200	0,261	0,012504	iguais
	C25REF - C25450	0,261	0,219814	iguais
	C25REF - C25800	0,261	0,396345	diferentes
	C25200 - C25450	0,261	0,207310	iguais
	C25200 - C25800	0,261	0,383841	diferentes
	C25450 - C25800	0,261	0,176531	iguais
C40	C40REF - C40200	0,261	0,007229	iguais
	C40REF - C40450	0,261	0,165201	iguais
	C40REF - C40800	0,261	0,430211	diferentes
	C40200 - C40450	0,261	0,157979	iguais
	C40200 - C40800	0,261	0,430211	diferentes
	C40450 - C40800	0,261	0,265010	diferentes

*ver os valores correspondentes na tabela 12.

Fonte: o autor.

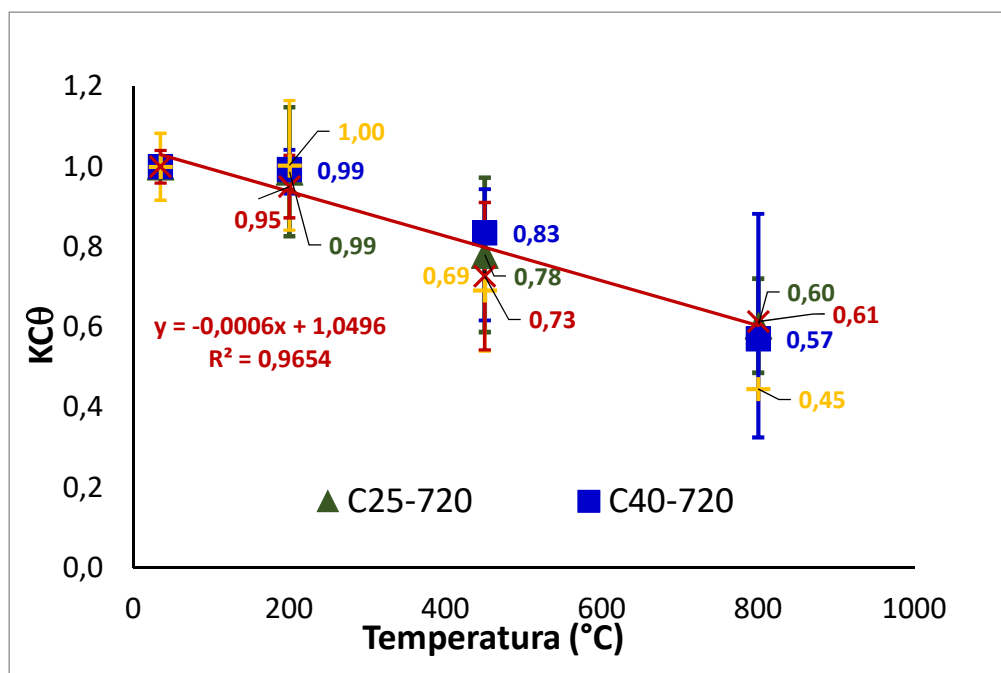


Figura 57 - Coeficiente de redução da resistência à compressão axial com a temperatura (KCθ).

6.3 Correlação resistência residual versus velocidade residual

A Tabela 15 apresenta, para as duas classes de resistência em estudo, os valores médios dos coeficientes de redução de velocidade (KVθ) e de resistência à compressão (KCθ), nas duas idades de aquecimento.

Tabela 15 - Coeficientes KVθ e KCθ, para classes C25 e C40, nas idades de 100 dias e 720 dias.

0720 dias:							
Idade de aquecimento (dias)	Classe	C25			C40		
	Grupo	C25200	C25450	C25800	C40200	C40450	C40800
100	KC0	1,00	0,69	0,45	0,95	0,73	0,61
	KV0	0,94	0,71	0,40	0,95	0,62	0,45
720	KC0	0,99	0,78	0,60	0,99	0,83	0,57
	KV0	0,92	0,78	0,37	0,92	0,73	0,48

Fonte: o autor.

A Figura 57 apresenta o gráfico com os coeficientes de redução médios (KC_{θ} x KV_{θ}), para as classes C25 e C40, além da curva de correlação da resistência residual versus velocidade residual. Há uma relação linear entre resistências e velocidades residuais, pois o coeficiente de determinação (R^2), na regressão linear, é maior que 0,93, indicando que o modelo adotado está bem ajustado aos dados.

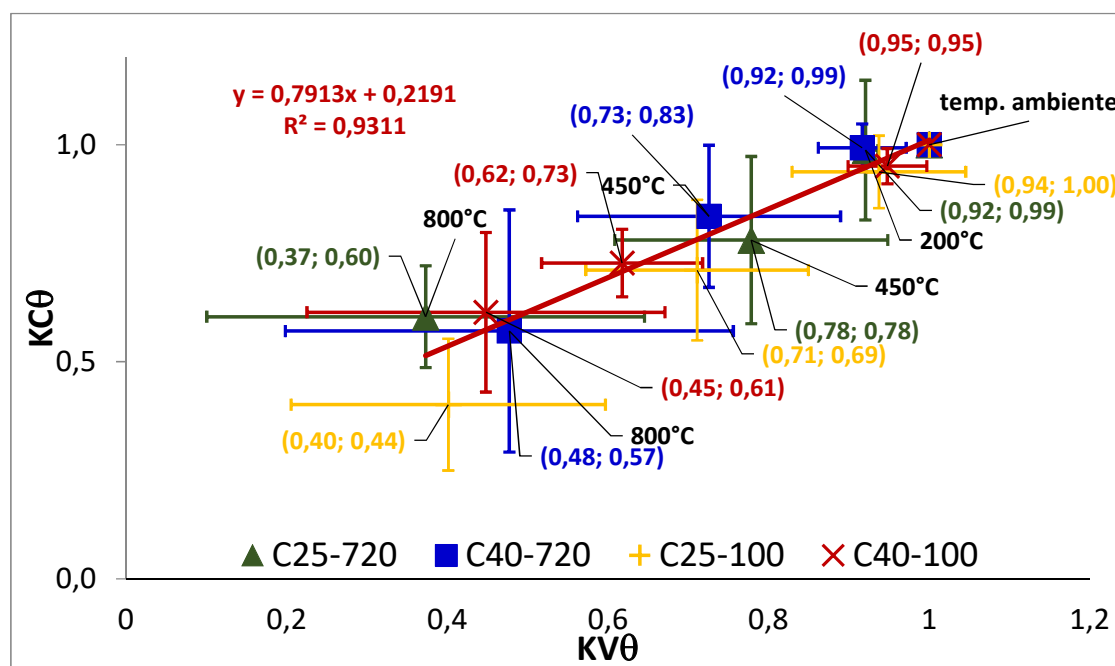


Figura 58 - Curvas de correlação KC_{θ} versus KV_{θ} , para C25 e C40, em 100 e 720 dias.

Observa-se que resistências e velocidades residuais médias tendem a decair com o aumento de temperatura, havendo o mesmo comportamento para os dois concretos em estudo e nas duas idades verificadas, conforme previsto na literatura [7,14,17,25,26]. Apesar de até as temperaturas de 450°C, na idade de 720 dias, os valores de KC_{θ} e KV_{θ} não serem considerados estaticamente diferentes, conforme discutido nos itens 6.1 e 6.2.

6.4 Caracterização microestrutural

Considerando-se o disposto na NBR 15200 [15], no que se refere a necessidade da estrutura ser vistoriada e com sua capacidade resistente verificada para ser reutilizada após um sinistro de incêndio, e ainda, sabendo-se que os trabalhos de perícias nesses casos devem ser realizados por um profissional especialista qualificado, subsidiados por recursos tecnológicos que permitam a adequada identificação das propriedades residuais [3,21-25,28,51-54]. O emprego da espectroscopia Raman, do MEV e do DRX pode fornecer informações importantes sobre as alterações nas propriedades mecânicas do concreto, contribuindo na melhor estratégia de intervenção da estrutura, a partir da utilização de amostras de concreto extraídas da estrutura pós-fogo [18,20,22,23,64,65].

6.4.1 Análise Morfológica - microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Nas fotografias obtidas através do MEV, apresentadas nas Figuras 58 a 67, é possível identificar a diferença entre a morfologia de compostos observados em amostras de concretos que foram submetidas as diferentes temperaturas de estudo (temperatura ambiente, 200°C, 450°C e 800°C), nas duas idades. Assim, a análise morfológica foi realizada buscando-se evidenciar o que mudou com a variação da temperatura, e, eventualmente, com a idade de aquecimento.

Na Figura 58 são mostradas duas fotografias obtidas em MEV de uma amostra extraída do corpo de prova de um concreto de referência (não aquecido). Nelas as imagens trazem morfologias que caracterizam a presença de C-S-H, portlandita e etringita [1,5,6,8].

A presença do C-S-H, do CH (portlandita) e, especialmente da etringita indicam que a matriz de cimento está intacta [1,4-8,10,11,23].

Na figura 59 tem-se uma micrografia à temperatura ambiente, de maior ampliação, com destaque para o C-S-H.

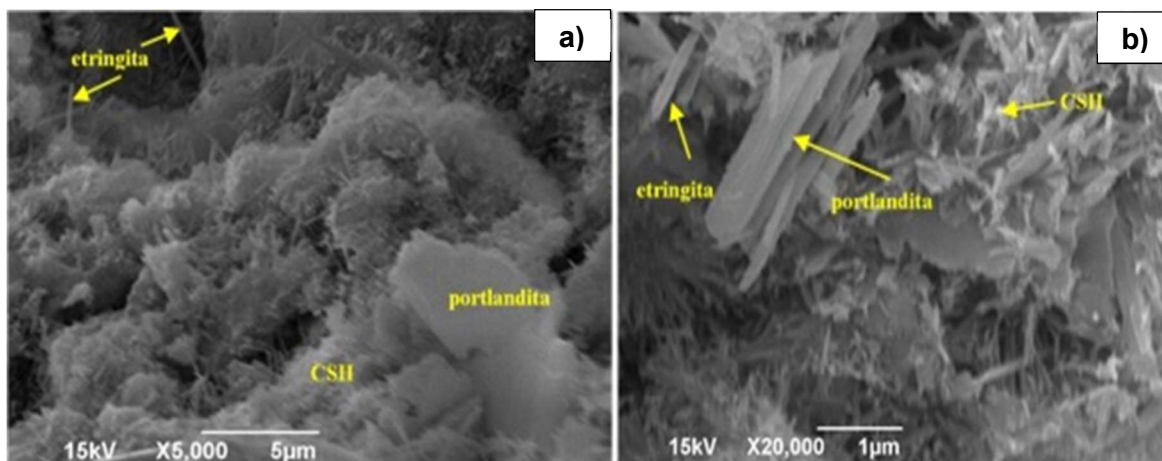


Figura 59 - Micrografia de amostra do concreto (classe C25) não aquecido: a) micrografia com ampliação de 5000x, b) micrografia com ampliação de 20000x.

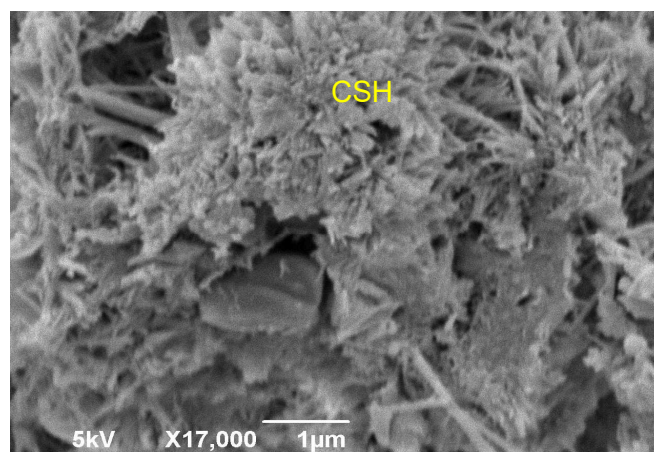


Figura 60 - Micrografia com ênfase ao C-S-H de amostra de concreto de referência (não aquecido) - classe 40.

Nas Figuras 60 e 61 são mostradas fotografias em MEV de amostras de concretos aquecidos na temperatura de teste de 200°C, nas idades de 100 e 720 dias, respectivamente. Em ambas observa-se ter havido menor ocorrência de cristais de etringita, enquanto que há poros capilares, além de C-S-H e portlandita, conforme previsto na literatura [1,3,4,6,7,10,11]. Isso confirma a manutenção da integridade da pasta de cimento e da resistência do concreto [3,4,6,7,10,11,17,22,23] até esse patamar de temperatura, consoante com o já discutido anteriormente (itens 6.1 e 6.2), em relação a não ter havido redução de VPU e de resistência à compressão até esse nível de temperatura. Portanto, é possível fazer a correlação entre a análise das fases em MEV e os resultados de VPU e de resistência à compressão.

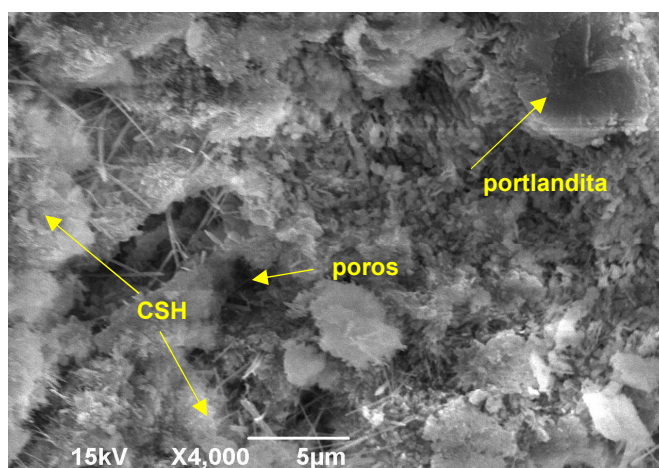


Figura 61 - Micrografia de amostra do concreto aquecida a temperatura de 200°C (100 dias) - classe C25.

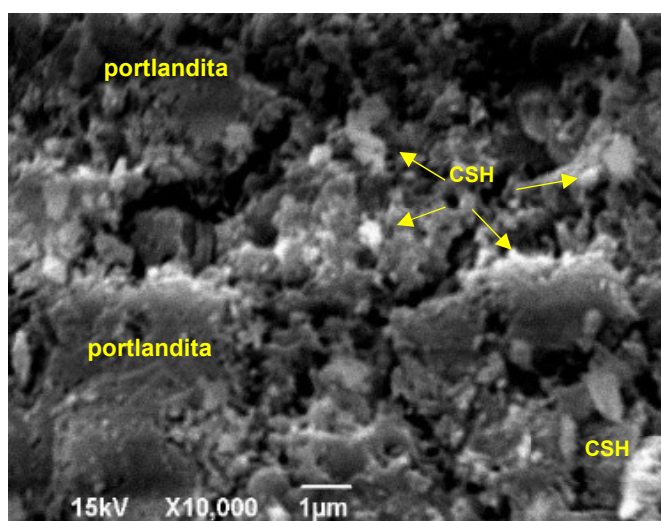


Figura 62 - Micrografia de amostra do concreto aquecida a temperatura de 200°C (720 dias), classe C40.

Nas Figuras 62 a 64 são apresentadas micrografias de amostras de concretos aquecidos até a temperatura de 450°C, nas duas idades.

Na idade de 100 dias, para a temperatura de 450°C não foi mais possível identificar a presença de etringita nas imagens das Figura 62 e 63, havendo apenas estruturas características de C-S-H e portlandita (CH) [1,4,5,6,8,10,23].

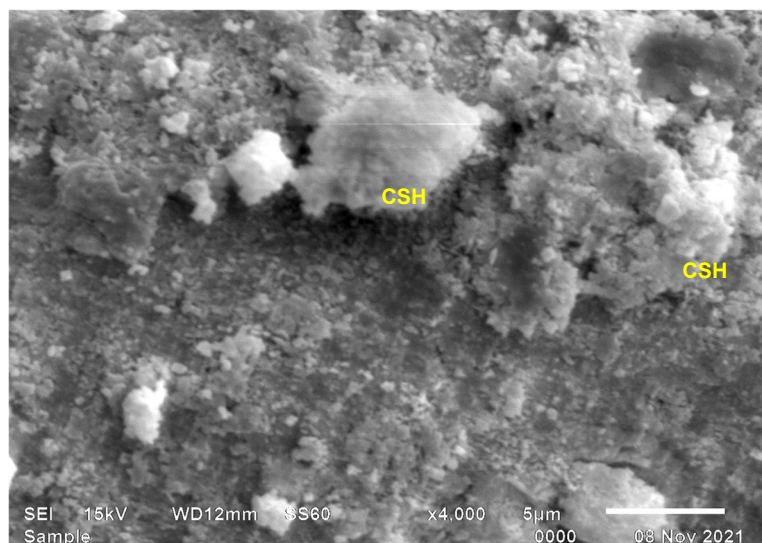


Figura 63 - Micrografia de amostra do concreto aquecida a temperatura de 450°C (100 dias), classe C25.

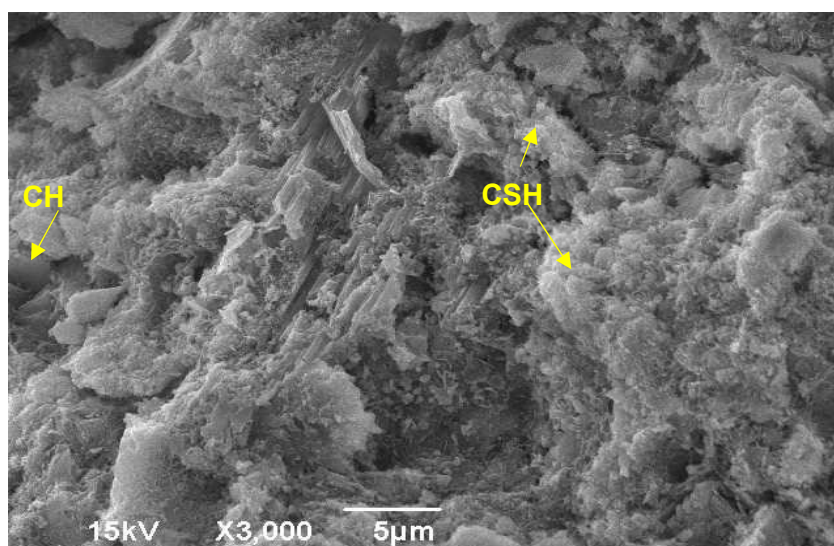


Figura 64 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 450°C (100 dias), classe C40.

Na imagem da Figura 64, correspondente ao concreto aquecido na idade de 720 dias, até a temperatura de teste de 450°C, também não se identificou a presença de etringita, pois de acordo com a literatura [3,4,6,7,10,11] já deve ter havido sua decomposição. Observa-se ainda a presença de macroporos [1,4,6,7,10,11,23], além de estruturas de C-S-H e de portlandita (CH), conforme previsto na literatura, uma vez que o esperado é que a decomposição da portlandita ocorra na faixa de temperatura entre aproximadamente 400°C e 600°C [4,7,18,20]. Isso, inclusive, vai ao encontro do exposto

por Annerel e Taerwe [10] e Hager [11], em relação à temperatura inicial de decomposição da portlandita (próximo de 450°C).

Na Figura 64, além da presença de C-S-H e portlandita, nota-se ainda a formação de estruturas de CaO (C), que conforme mostrado na literatura [10,11,64], é resultado da decomposição da portlandita.

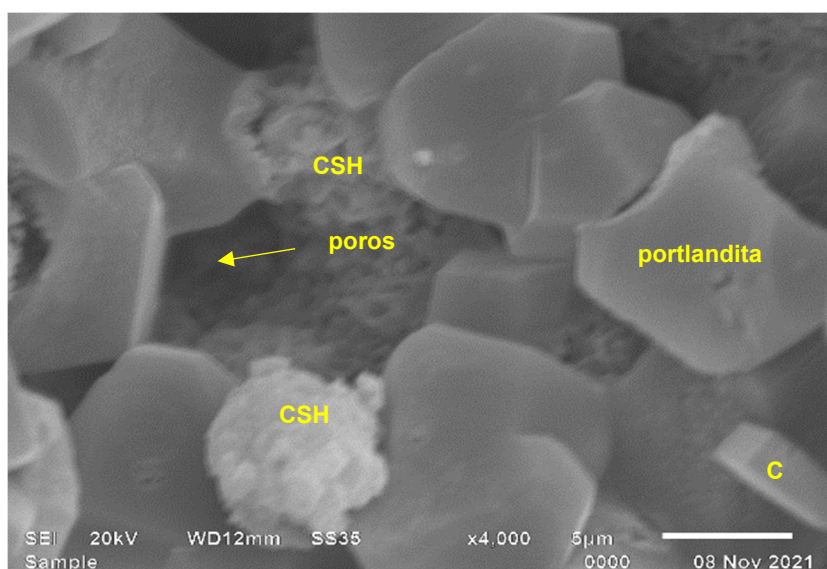


Figura 65 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 450°C (720 dias), classe C25.

Por fim, referente aos estudos morfológicos da microestrutura do concreto pós fogo, nas amostras expostas a temperatura alvo de 800°C, as Figuras 65 a 67 mostram essas micrografias para as idades de aquecimento de 100 e 720 dias.

Na Figura 65 (a), a fotografia em MEV, referente a amostra de concreto na idade de 100 dias, mostra a existência de fraturas no agregado e de trincas mais extensas na interface pasta-agregado, e na própria matriz da pasta, o que é um indicador de que o material alcançou uma temperatura superior a 550°C [4,6,10,23].

Para esse nível de temperatura de 800°C, na micrografia mostrada na Figura 65 (b), é possível notar a matriz cimentícia bem degradada, com a presença de trincas e macroporos na pasta. Na imagem há maior dificuldade para a identificação dos compostos de cimento hidratados, ratificando o nível de degradação do material indicado na literatura, onde se descreve que nesse patamar de aquecimento já deve ter ocorrido a decomposição avançada das fases de C-S-H e portlandita, por conseguinte, afetando a resistência do concreto [1,3,4,6,7,10,11,15,17,18,20,22,23].

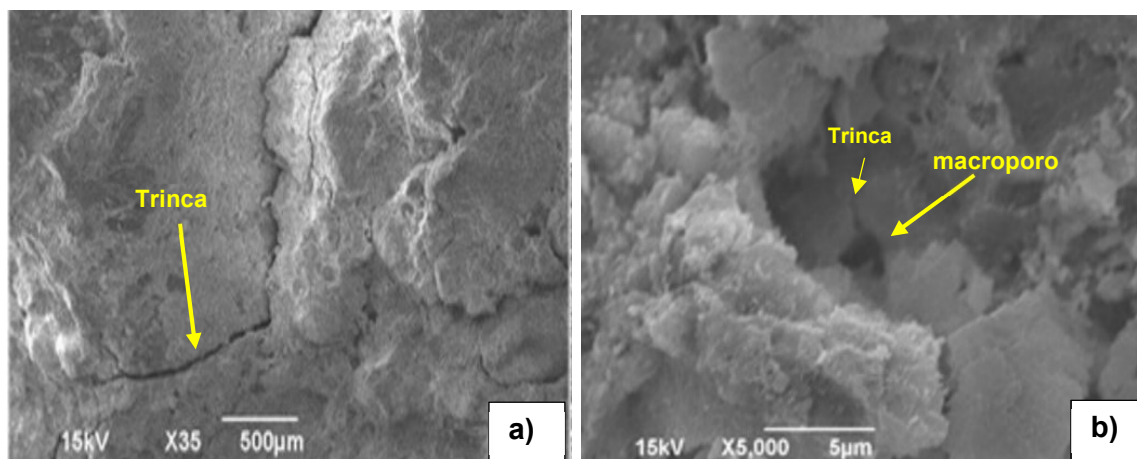


Figura 66 - Micrografias de amostras do concreto aquecidas à temperatura de 800°C (100 dias), classe C40: (a) agregado com fratura e fissura na interface pasta-agregado e (b) micrografia de maior ampliação- amostra com macroporos e ausência de estruturas de C-S-H e CH.

O exposto na Figura 65 está em alinhamento com o observado nas reduções de resistência à compressão axial e de VPU nessa temperatura, contribuindo para justificar as maiores reduções de ambas na temperatura de 800°C, e, portanto, a maior degradação do material, conforme previsto na literatura [4,6,7,10,11,14,22,23,25,26]. Ou seja, pelas análises das imagens em MEV, a observação de macroporos, trincas e ausência de produtos de hidratação que respondem pela integridade da pasta, indica que a resistência à compressão do concreto é reduzida e, por conseguinte, a integridade do concreto é bastante comprometida.

Nas Figuras 66 e 67 tem-se micrografias de amostras do concreto após aquecimento a temperatura de 800°C, na idade de 720 dias. Nelas, também se nota intensa degradação da matriz cimentícia, com a presença de macroporos na pasta. Também não foram identificadas estruturas de portlandita e C-S-H [1,5,6,8,10,23], indo ao encontro do que prevê a literatura [3,6,7,10,11] para temperaturas acima de 500°C, e em consonância com o observado nas imagens em MEV referentes a idade de 100 dias (Figura 65), onde também são notados esses indicadores progressivos de degradação do material, a medida que se alcança esse patamar de temperatura; ratificados também pelos menores valores de resistências e velocidades residuais apresentados anteriormente.

Dessa forma, também se observa, nessa idade, que a maior redução da resistência à compressão axial e da VPU nessa temperatura, conforme demonstrados nos itens 6.1 a 6.3, resulta da maior degradação da microestrutura do material.

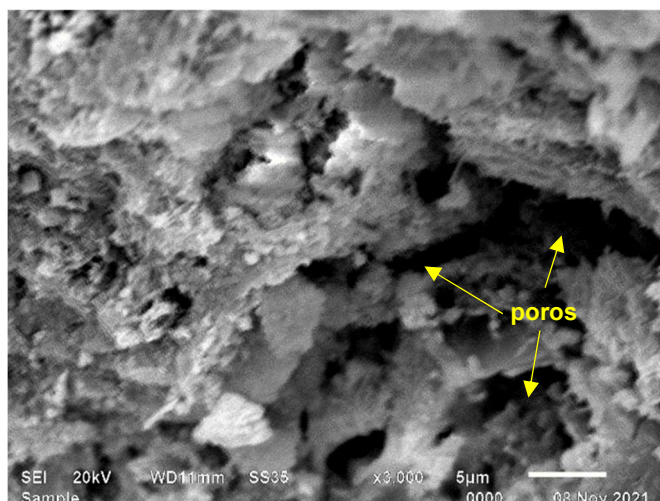


Figura 67 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 800°C (720 dias), classe C25-ampliação de 3000x.

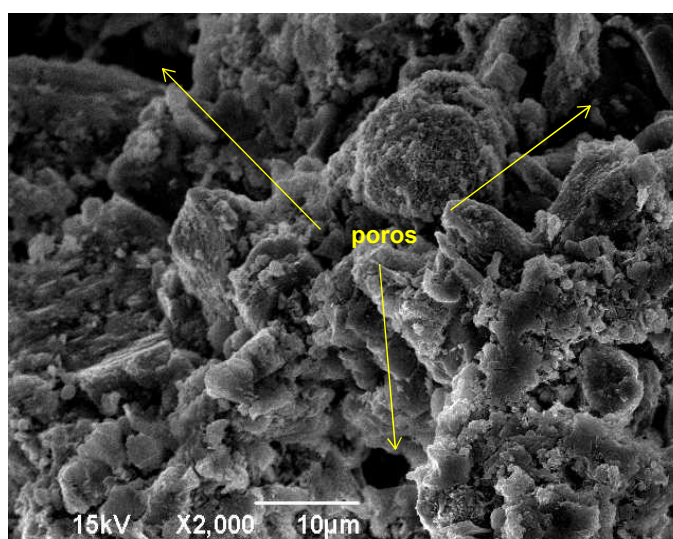


Figura 68 - Micrografia de amostra do concreto aquecida à temperatura de 800°C (720 dias), classe C40 - ampliação de 2000x.

As alterações morfológicas, para as duas idades de estudo e classes de resistência, mostraram o avanço de degradação do concreto com a maior exposição ao fogo e ratificaram que a maior redução da resistência à compressão axial e da VPU é especialmente atribuída a decomposição do CH e do C-S-H [4,6,10,11,14,22,23,25,26].

Ainda em relação ao estado de degradação do concreto ocorrido a partir de deterioração das fases desse compósito, a Figura 68 apresenta cristais de agregados de quartzo fraturados, resultantes deste estudo, sendo consoante com o exposto no estudo de Batagin e Silveira [6] (Figura 68 (a)). O que vai o encontro do previsto na literatura sobre a degradação dos agregados nesse patamar de temperatura de exposição [2,6,7,10,11,18,20].

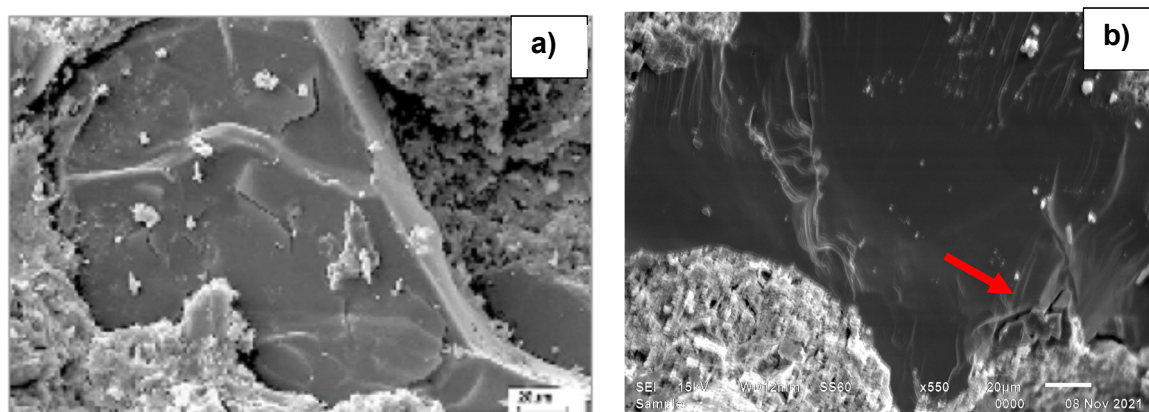


Figura 69- Micrografias de amostras do concreto aquecidas à temperatura de 800°C: (a) agregados de quartzo fraturados de Batagin e Silveira [6]; (b) agregados de quartzo fraturados deste estudo- ampliação de 550x.

6.4.2 Estudo das fases cristalinas por DRX

Conforme observado nos resultados envolvendo a variação da resistência à compressão do concreto e da VPU com a elevação de temperatura, não houve influência das classes de resistência do concreto (C25 e C40), em cada idade de estudo aqui adotadas, na redução de resistência e de VPU com o aumento da temperatura.

De igual modo isso pôde ser notado, pelas imagens obtidas em MEV, onde as degradações dos constituintes do concreto, observadas tanto através da decomposição dos compostos hidratados da pasta de cimento, quanto pelas mudanças de fases de agregados; além de aumento de porosidade e fissuração, foram bastante similares para as duas classes de resistência, nas duas idades.

Por esses motivos, aliado ao que foi observado pelos difratogramas individuais das amostras extraídas de concretos de classes de resistências distintas, foi utilizada apenas uma figura com difratogramas por idade de estudo, para ser representativa das duas classes de resistência, a cada temperatura de teste.

Observa-se dos difratogramas a seguir apresentados (Figuras 69 a 71), que esse procedimento não afetou as conclusões das análises, uma vez que mesmo não havendo

essa separação por classe de resistência, mas sim pela temperatura de exposição e idade, os resultados estão em sintonia com o exposto nos itens 6.1 a 6.4.1.

As análises por difratometria de raios X (DRX) ocorreram a partir da identificação e comparação de picos cristalinos das amostras de concreto, com o intuito de mapear as principais alterações mediante elevação de temperatura. Ou seja, o objetivo aqui não era fazer uma análise completa do difratograma, identificando-se assim cada pico e voltando-se a análises quantitativas.

Os compostos definidos para serem observados foram determinados a partir da relevância de identificação deles enquanto potenciais indicadores de degradação térmica dos constituintes do concreto, especialmente os produtos de hidratação da fase de pasta de cimento [10,18,22,24,29,64,65]. Dessa forma, pelo acompanhamento desses constituintes, foi possível observar o estado de degradação do material [22,64,65], a partir da estimativa de temperatura a que foi exposto no pós-fogo. Isto contribui, sobremaneira, nas avaliações após sinistros de incêndios.

As transformações dos compostos de hidratação do cimento e nos agregados, como resultado do aumento da temperatura no concreto, nas duas idades, são mostradas nos difratogramas das Figuras 69 a 71. Conforme já dito anteriormente, buscou-se acompanhar as principais alterações químicas, nessas duas idades, pela observação dos compostos com maior potencial de indicadores de degradação térmica.

No difratograma da Figura 69, referente a concretos aquecidos na idade de 100 dias, houve redução dos picos relativos a portlandita, $2\theta=18^\circ$ [18,20,29,64], nas temperaturas de 450°C , quase desaparecendo em 800°C , pois nessa temperatura deve haver decomposição da portlandita [6,7,10,11,29,64].

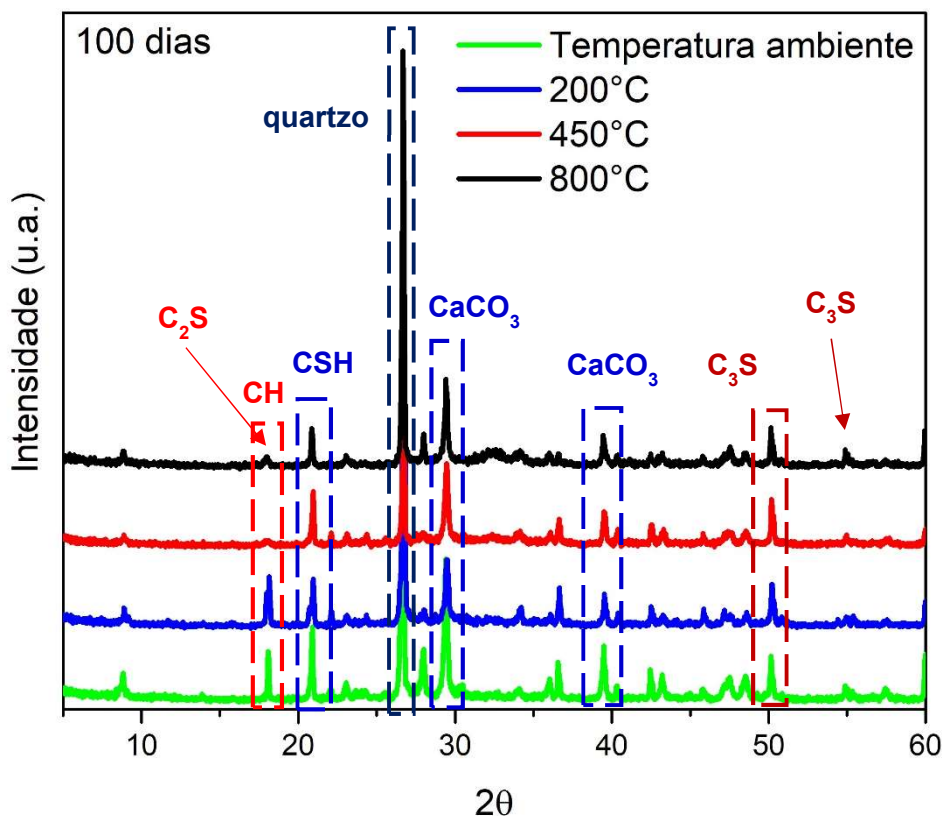


Figura 70 - Difratomogramas de raios X de concretos aquecidos na idade de 100 dias.

A redução do pico em $2\theta=22^\circ$ [18,29], devendo desaparecer acima de 900°C [6,10,11,18,29,35,38], pode indicar decomposição do C-S-H, pois vem acompanhada dos picos em $2\theta=36^\circ$ (C_2S e C_3S) [4,18]-ver Figura 71. Os picos em 23° , 29° , 39° e 43° , relativos a calcita (CaCO_3) [18,29,64] podem também ser atribuídos a essa decomposição do C-S-H, e que devem desaparecer em temperaturas na faixa entre 700°C e 950°C [10,11,18,64].

Nota-se um pico discreto em 18° , na temperatura de 800°C , que conforme previsto por Vetter *et al.* [18] indica formação de C_2S , também resultante dessa degradação do C-S-H, e consoante com as bandas do espectro Raman da Figura 72, onde se observa deslocamentos Raman atribuídos ao C_2S , resultantes da decomposição do C-S-H [18,27,38].

O pico em 51° e o que aumenta em 54° , em temperaturas elevadas, pode ser atribuído a formação do C_3S [18]. Em $2\theta=27^\circ$ [18,29] os picos relativos ao quartzo aumentam com a decomposição do C-S-H, podendo ainda mais evidenciar a degradação

desse composto da pasta; além disso, há também mudança de fase dos agregados de quartzo alfa para quartzo beta, próximo a 573°C [6,7,10,11,18,29].

No difratograma da Figura 70, referente a concretos aquecidos na idade de 720 dias, observa-se comportamento análogo ao já discutido para as amostras de concreto aquecidas aos 100 dias de idade.

Visando favorecer a análise comparativa dos difratogramas de raios X dos concretos aquecidos nas duas idades de estudo, e a cada nível de temperatura, a Figura 71 apresenta esses difratogramas separando-os por temperatura de exposição.

Pode-se destacar, conforme observado na Figura 71, a maior evidência da permanência do pico em $2\theta=36^\circ$ (referente a formação de C_2S e C_3S), nas duas idades, resultante da decomposição do C-S-H [4,18], mesmo na temperatura de 800°C. E ainda, nota-se, para as amostras de concreto aquecidas na idade de 720 dias, a maior evidência de picos referentes a formação de sílica em $2\theta=28^\circ$ [29], especialmente nos difratogramas correspondentes as temperaturas de 450°C e 800°C, o que caracteriza degradação dos constituintes do concreto (pasta de cimento e agregados-mudança de fase do quartzo), conforme previsto na literatura [10,11,18,29,64]. A maior intensidade da banda relativa ao quartzo [18,20,27,38], no espectro Raman da Figura 73 (correspondente a amostra de 720 dias) em comparação com o da Figura 72 (referente a amostra de 100 dias) contribui para confirmar essa maior incidência de sílica.

Portanto, a decomposição dos produtos de hidratação do cimento, em especial C-S-H e portlandita (CH) [3,4,6,7,10,11,18,29,64,65], é revelada pelos resultados nos difratogramas (as reduções de pico em $2\theta=18^\circ$ e $2\theta=22^\circ$, e os picos surgidos dessas decomposições) e são condizentes com as reduções de VPU e das resistências residuais com a temperatura, observadas anteriormente (itens 6.1 a 6.3).

Essas reduções, por sua vez, também foram observadas nas alterações morfológicas observadas por MEV, discutidas no item 6.4.1, a partir do estado de degradação dos concretos verificado pela ausência das estruturas de C-S-H e portlandita, e pelos danos observados na matriz e na interface pasta-agregado.

E, por fim, essas mesmas degradações de C-S-H e CH podem ser acompanhadas pelo apresentado nos espectros Raman das Figuras 72 e 73, onde além das decomposições desses dois produtos de hidratação, há formação dos compostos oriundos delas, conforme será enfatizado no item 6.4.3.

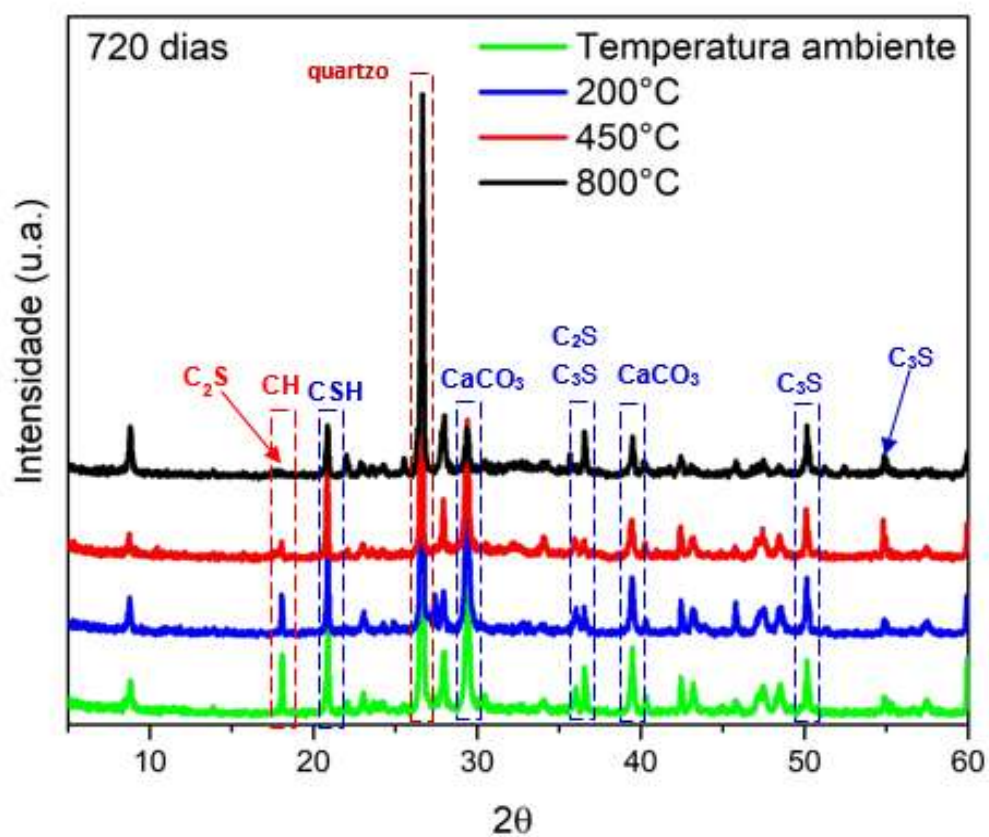


Figura 71 - Difrátogramas de raios X de concretos aquecidos na idade de 720 dias.

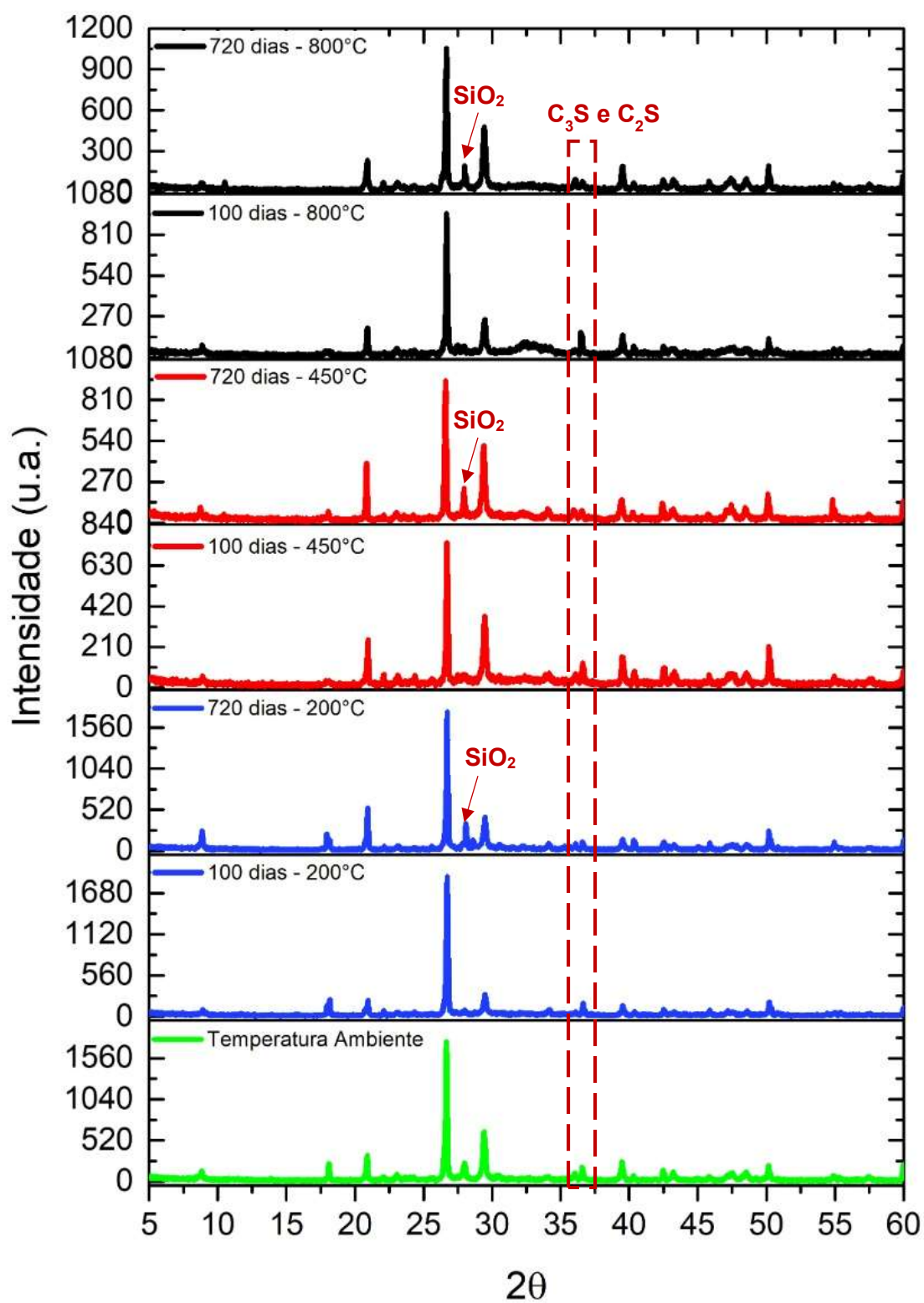


Figura 72 - Difratogramas de raios X de concretos aquecidos nas idades de 100 e 720 dias.

6.4.3 Análise molecular por espectroscopia Raman

O fato do C-S-H ser o constituinte principal para a determinação da integridade da pasta de cimento [1,3-8,11,18], e, por conseguinte, do concreto, faz com que muitos estudos se voltem ao entendimento da microestrutura complexa desse composto [1,18,37,38]. O trabalho de Kirkpatrick *et al.* [36] é tido como referência na literatura [18,19,27,37,38] para entendimento dessa estrutura e dos seus correspondentes deslocamentos espectrais no Raman, a partir da relação com a estrutura da tobermorita e jenita. Nele as bandas observadas nas faixas de 800 a 1080 cm^{-1} são atribuídas a alongamentos simétricos do tetraedro Si-O. A faixa de 600 a 700 cm^{-1} corresponde a flexão simétrica do Si-O-Si. Já as bandas dos deslocamentos espectrais de 430 a 540 cm^{-1} estão associadas a deformações internas dos tetraedros de Si-O na ligação O-Si-O. Por fim, as bandas na faixa de 100 a 250 cm^{-1} são atribuídas as vibrações de poliedros de Ca-O.

A decomposição de fases hidratadas, em especial do C-S-H, importantes para a manutenção da integridade da matriz cimentícia e da resistência do concreto, foram acompanhadas por meio da espectroscopia Raman [18-20,27], conforme descrição abaixo.

Na Figura 72 são mostrados espectros Raman de concretos aquecidos na idade de 100 dias. Na curva azul, além das bandas de C-S-H [27,36-38] nos deslocamentos Raman previstos na literatura, a banda observada na faixa espectral de 360 cm^{-1} aponta para a presença da portlandita (CH) [18,27,35-38], e em 555 e 998 cm^{-1} , a etringita [18,27,38,39]. Na temperatura de 200°C (curva verde), a decomposição da etringita é sugerida pela ausência dessas duas últimas bandas [38,39], pela formação da pseudowollastonita alfa- CaSiO_3 em 307 e 575 cm^{-1} [27], e pela banda em 754 cm^{-1} , indicando formação de C_3A [18,37,38]. O aumento de intensidade e deslocamento de bandas de CaCO_3 de 1090 cm^{-1} para 1080 cm^{-1} , sugere início de decomposição do C-S-H [4,6,11, 27,35,37,38].

Na temperatura de 450°C (espectro vermelho), observa-se a ausência da banda de portlandita (CH) na faixa de 360 cm^{-1} [18,27,35-38], indicando início de sua decomposição, como prevê a literatura [4,6,7,10,11,18], e é confirmado também nos difratogramas das Figuras 69 a 71. Observa-se a formação de C_2S em 220, 724, 854 e 1030 cm^{-1} [4,18,27,37,38], e as bandas formadas nas faixas de 657 a 682 cm^{-1} , e, 813 e 845 cm^{-1} correspondentes ao C_3S [19,37,38], possivelmente devido a decomposição do C-S-H [4,6,7,38].

Ainda devido a decomposição do C-S-H, nota-se a formação da sílica (quartzo), bandas em 399 e 504 cm^{-1} [18,27]; um aumento de bandas de CaCO_3 próximo de 1080 cm^{-1} [18,27,35-38], confirmado no difratograma dessa temperatura (Figuras 69 e 71). Há ainda a formação de gehlenita em 1015 cm^{-1} [18,19,27].

Nessa temperatura de 450°C houve o deslocamento da banda de C-S-H em relação ao espectro da curva verde (referente a 200°C), de 701 para 709 cm^{-1} , que conforme previsto na literatura [18,20], também sugere decomposição do C-S-H.

Por fim, para a curva preta, espectro referente a temperatura de 800°C, nota-se o surgimento de bandas em 205 e 465 cm^{-1} , referente a mudança de fase do agregado, de quartzo alfa para quartzo beta [4,6,7,11,18,20,27,38]. Observa-se um ligeiro deslocamento da banda de 1080 para 1076 cm^{-1} e alargamento da base, o que pode indicar a formação do CaCO_3 amorfo [18,27,37,38]. As bandas relacionadas ao C-S-H e a portlandita não estão mais presentes, conforme literatura [4,18,27,29,36-38]. Em 369 e 796 cm^{-1} , os pequenos picos indicam essa decomposição [18,27,38].

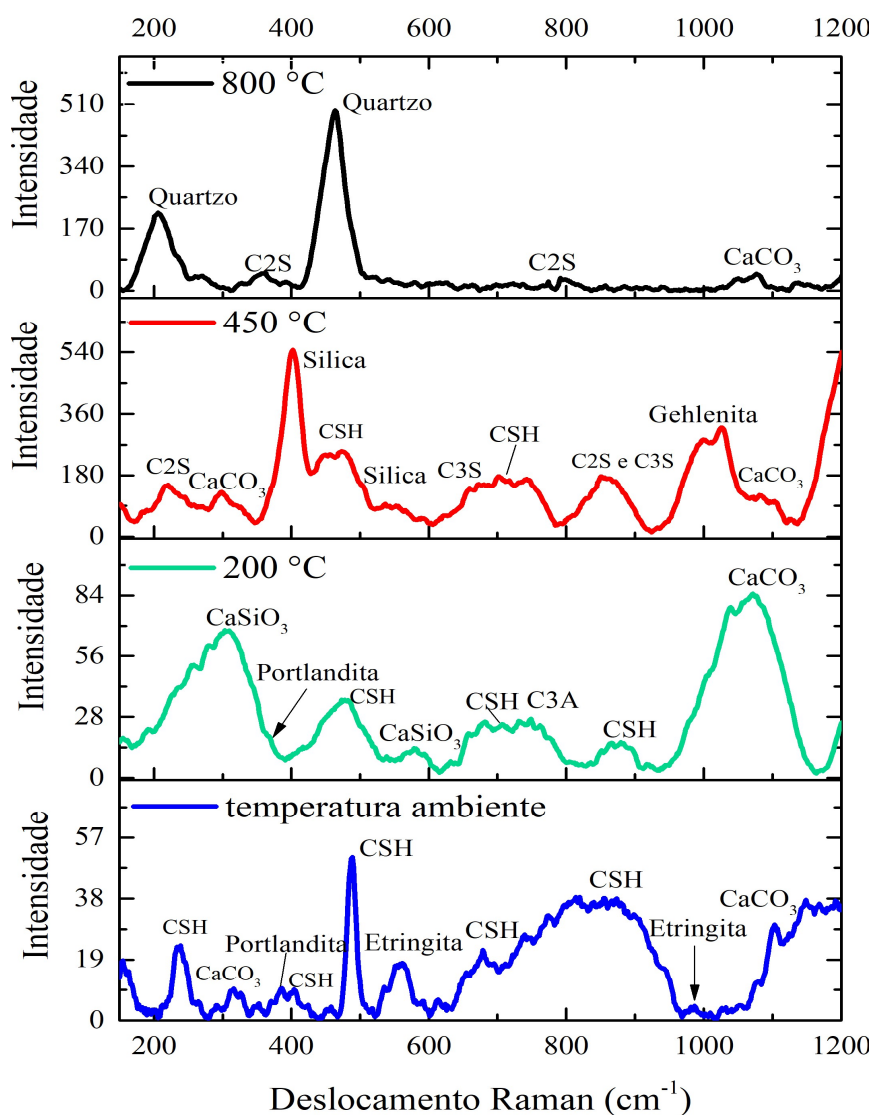


Figura 73 - Espectros Raman das amostras do concreto, sem aquecimento e aquecidos em diferentes temperaturas, na idade de 100 dias.

Na Figura 73 são mostrados os espectros Raman de concretos aquecidos na idade de 720 dias. Neles observa-se, como era de esperar, que o espectro Raman da curva azul (temperatura ambiente) não fornece informações diferentes em relação ao observado para o espectro dessa mesma temperatura na idade de 100 dias (Figura 72- curva azul). Ou seja, a variação de umidade e do grau de hidratação não ocasionou alterações químicas no material ao ponto que provocassem, na temperatura ambiente, mudanças nos espectros Raman entre essas duas idades.

Na temperatura de 200°C (curva verde), houve algumas mudanças nos deslocamentos Raman característicos dos compostos químicos, de 100 para 720 dias,

porém mantendo-se as mesmas alterações já discutidas para as amostras aquecidas nessa mesma temperatura na idade de 100 dias (curva verde-Figura 72).

Portanto, pelo exposto na Figura 73, na curva referente a temperatura de 200°C, sugerem a decomposição da etringita: a formação da pseudowollastonita alfa- CaSiO_3 , em 302 e 553 cm^{-1} [27] e do C_3A [18,37,38]- banda em 752 cm^{-1} ; e a ausência da banda em 555 e 998 cm^{-1} [38,39]. Observa-se repetir nesse espectro o observado para o aumento da intensidade e deslocamento da banda de CaCO_3 em 1090 cm^{-1} , confirmado nos difratogramas das Figuras 70 e 71, sugerindo-se a decomposição do C-S-H [4,6,7,10,11,18, 27,35,37,38].

Na temperatura de 450°C (espectro vermelho), em relação ao espectro correspondente na idade de 100 dias, o único aspecto observado foi, além do ligeiro aumento, o deslocamento da banda de CaCO_3 para próximo de 1080 cm^{-1} ; o que também sugere decomposição do C-S-H [18,20, 27,35,37,38].

Em relação ao espectro referente a temperatura de 800°C (curva preta), para amostras aquecidas na idade de 720 dias, observa-se ter ocorrido maior número de alterações nos deslocamentos Raman em relação ao observado no espectro correspondente da Figura 72.

Há o surgimento das bandas em 389 e 504 cm^{-1} , referentes a mudança de fase do agregado, de quartzo alfa para quartzo beta [4,6,7,10,11,18,20,27,38]. A banda em 504 cm^{-1} pode ainda indicar sílica livre que resulta da decomposição do C-S-H [18]. Também por isso, surgem as bandas em 308 e 369 cm^{-1} referente a formação da gehlenita [4,6,7,10,11,18,19,27].

As bandas em 522 e 796 cm^{-1} são apontadas na literatura como sendo C_2S resultantes da degradação mais intensa do C-S-H, que ocorre entre 600 e 800°C [1,3,4,7,11,18,20,27,38], conforme pode ser também observado pelos difratogramas das Figuras 70 e 71. Portanto, a degradação do C-S-H contribui para justificar os baixos valores de resistência mecânica e VPU residuais observados nessa temperatura [18,20,22,23,25,26,27]. Observa-se um aumento de intensidade da banda em 1080 cm^{-1} , referente ao CaCO_3 [18,27,37,38], indicando decomposição da matriz cimentícia e confirmando o também observado nos difratogramas das Figuras 70 e 71.

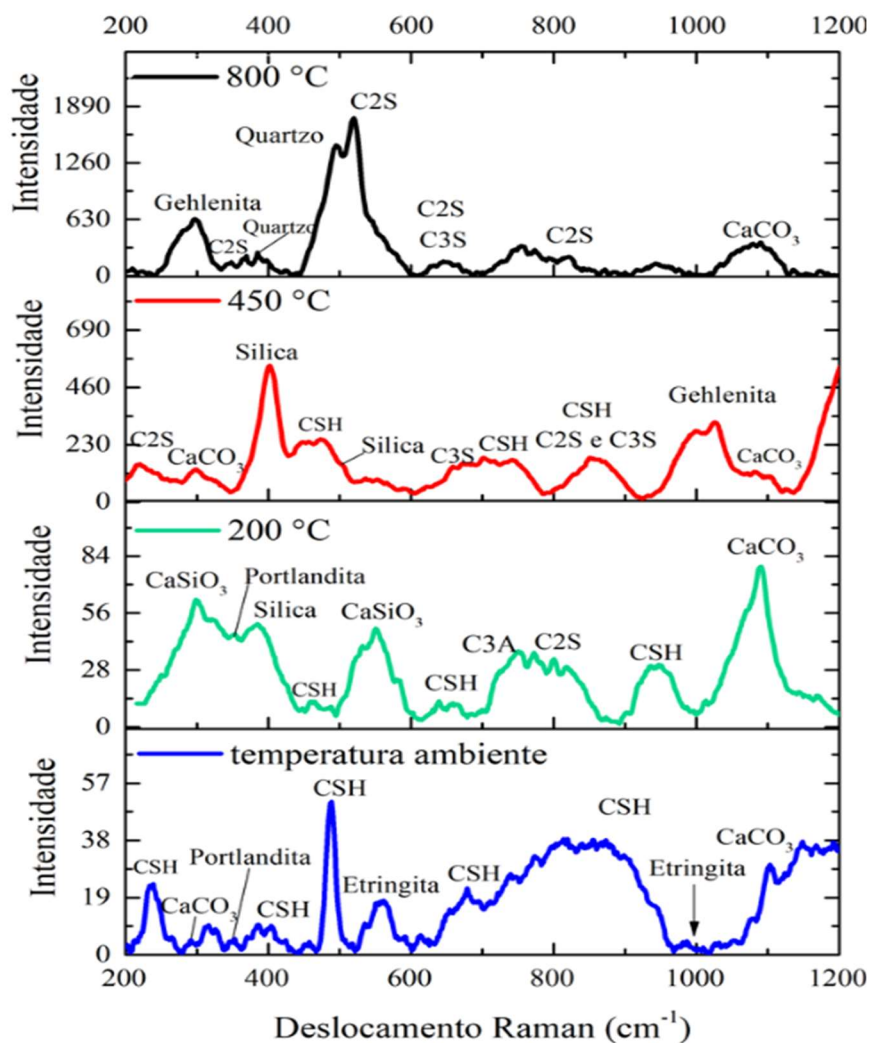


Figura 74 - Espectros Raman das amostras do concreto, sem aquecimento e aquecidos em diferentes temperaturas, na idade de 720 dias.

Dessa forma, nota-se que os espectros Raman das amostras, aliados aos resultados de DRX e às alterações morfológicas observadas por MEV, evidenciam a degradação do concreto com o aumento da temperatura de exposição ao fogo, a partir da decomposição dos produtos de hidratação do cimento, principalmente C-S-H e portlandita [4,6,10,11,18,20,22-24,29]. Além disso, tem-se o surgimento dos compostos oriundos dessas decomposições, em especial na temperatura de 800°C, destacando-se C_2S , sílica e $CaCO_3$.

Os resultados também mostram o que há de comprometimento na integridade no material em temperaturas mais amenas, porém comuns em situações de incêndios, como: decomposição da etringita, estágio inicial de composição de C-S-H e decomposição da portlandita [3,4,6,10,11,18].

6.5 Discussões dos resultados

Este estudo foi importante para observar a eficiência do uso combinado dessas técnicas de caracterização microestrutural, aliadas ao ensaio de ultrassom, para acompanhar a degradação de concretos pela exposição ao calor.

O aquecimento do concreto até a temperatura de 200°C por um tempo de aproximadamente 100 minutos leva a deterioração apenas da etringita. Já o aquecimento até a temperatura de 450°C, por esse mesmo intervalo de tempo, provoca a deterioração da portlandita e decomposição parcial do C-S-H, o que leva a formação de compostos como CaO , C_2S , C_3S e sílica livre. Do aquecimento até temperatura de 800°C observou-se a decomposição do C-S-H, e, entre outros compostos resultante da decomposição da matriz, verifica-se maior formação das fases C_2S , C_3S e sílica livre, além da sílica resultante da transformação de fase do quartzo. Tudo isso foi verificado em DRX, MEV e espectroscopia Raman.

Enquanto que o DRX mostrou evidentemente alterações das fases de C-S-H e portlandita (CH), a espectroscopia Raman, além delas mostrou mudanças relativas a deterioração da etringita e possibilitou identificar um número maior de produtos de decomposição da matriz, inclusive a formação do C_3A , da pseudowollastonita alfa- $CaSiO_3$ e da gehlenita. O MEV, por sua vez, foi importante para visualizar a degradação da pasta e dos agregados, que foram observadas: pela presença de microfissuras na pasta, na interface e nos agregados; pela existência de macroporos; e, principalmente, pelas ausências de microestruturas características dos produtos de hidratação do cimento, em especial: cristais de etringita, portlandita e estruturas de C-S-H.

Essas alterações tiveram efeito direto na resistência à compressão e na VPU, pois a deterioração desses constituintes acarreta comprometimento na integridade das fases constituintes do concreto.

Entretanto, apenas quando o concreto foi aquecido até a temperatura de 800°C, observou-se mais evidente a relação dos danos microestruturais com as reduções de VPU e de resistência à compressão.

Na temperatura de 450°C, notou-se que as análises por MEV, DRX e Raman apontaram com maior evidência a perda de integridade do material do que os resultados observados de reduções VPU (KV θ) e de resistência à compressão (KC θ) até esse nível de temperatura, especialmente na idade de 720 dias. Isso visto tanto a partir das micrografias que mostram o estado de degradação da pasta (presença de poros e fissuras; e ausências de estruturas de etringita e portlandita), quanto pelas análises das alterações químicas observadas nos difratogramas e nos espectros Raman, onde se observam, principalmente, diminuições de picos e bandas correspondentes a etringita e a portlandita; e o surgimento dos produtos oriundos da decomposição dessas duas fases da pasta e do C-S-H. Essas constatações são importantes para indicar que as técnicas são significativas para a previsão de perda de integridade estrutural do concreto.

O tempo de permanência dos corpos de prova no forno (entre 100 minutos e 120 minutos) sob as temperaturas de ensaio simulou a maioria das condições de incêndios reais. Assim, as amostras para análises físico-químicas foram extraídas da região até 3 cm da superfície dos corpos de prova, região essa definida para assegurar a possibilidade de observação do dano na microestrutura do material, segundo as curvas de ONGAH *et al.* [73]. Dessa forma, a região mais interna da superfície de fratura dos corpos de prova, possivelmente estando menos degradada até a temperatura de 450°C, pode resultar em menores reduções de VPU e da resistência à compressão do concreto, embora os resultados obtidos estejam próximos dos observados em estudos recentes [7,23,25,26]. O corpo de prova de compressão terá somente sua parte mais externa degradada, enquanto que a parte mais interna deverá continuar apresentando a mesma integridade inicial. Por isso que as resistências à compressão podem não acompanhar a dramática degradação da microestrutura que foi vista na camada mais externa dos corpos de prova, nessa temperatura.

Conforme já discutido anteriormente, essa situação de menor redução de resistência e VPU em relação ao esperado para essa temperatura de 450°C, na idade de 720 dias, também pode ter sido resultado da maior variabilidade de temperatura no forno da indústria cerâmica nessa etapa da queima dos corpos de prova. Isso conduz a

gradientes de temperaturas diferentes entre eles, e, com isso a maior variação de degradação dos corpos de prova.

Especialmente nos corpos de prova submetidos a temperatura de teste de 800°C, outro aspecto a destacar é o fato de que não era possível leituras de VPU na região mais próxima da superfície deles, pois o estado de danos nessa área resultava em leituras de VPU muito baixas, e mesmo assim não estáveis.

Em relação as duas classes de concreto avaliadas, o efeito de temperatura não mostrou diferença de degradação entre elas, isso foi observado tanto pelas reduções de VPU e resistência à compressão, quanto pelas análises em MEV, DRX e Raman. O mesmo também foi observado no quesito idade, ou seja, não houve variação significativa de resistência e VPU, para ambas as classes de resistência, com a idade de aquecimento, também evidenciado pelos estudos morfológicos e de caracterização química.

Portanto, nos casos de avaliação de integridade pós-fogo de estruturas reais, recomenda-se não se limitar a inspeção visual e coleta de testemunhos de concretos da estrutura sinistrada visando testes de resistência à compressão. Mas recorrer a aplicação conjunta de ensaios de campo tradicionais, como o ultrassom, e de técnicas de caracterização microestrutural de amostras de concreto extraídas dos elementos avariados pelo fogo, objetivando identificar o nível de degradação das fases do concreto, em diferentes profundidades da peça estrutural, especialmente para concretos expostos a temperaturas inferiores a faixa de 500°C.

7 CONCLUSÕES

O presente estudo mostrou a eficácia do emprego combinado dos resultados de ultrassom e de resistência à compressão axial; associadas as análises da microestrutura e das alterações físico-químicas, pelo emprego do MEV, do DRX e da espectroscopia RAMAN. As discussões dos resultados nos permitem listar as seguintes conclusões:

- A exposição a altas temperaturas provoca alterações físico-químicas nos constituintes do concreto, causando redução de resistência à compressão e de velocidade de pulso ultrassônico (VPU), e essas reduções foram iguais para as duas classes de resistência e idades de secagem do concreto. Portanto, as reduções de resistências e VPU não dependeram da classe do concreto e da idade de aquecimento. Para os aquecimentos até a temperatura de 200°C não foram observadas reduções de resistência e VPU. Já para os aquecimentos na temperatura de 800°C foram verificadas reduções de resistência e VPU compatíveis com as degradações das fases da pasta de cimento.
- As reduções de VPU foram compatíveis com o decréscimo de resistência à compressão axial observados a partir da exposição do concreto ao fogo, o que ratifica a literatura quanto a eficiência da técnica de ultrassom para avaliar estruturas incendiadas.
- A degradação dos constituintes do concreto, em função da temperatura, avaliada pela degradação dos constituintes da pasta (etringita, CH e C-S-H) e pela degradação dos agregados, está diretamente associada as reduções de propriedades mecânicas e VPU citadas acima, especialmente na temperatura de 800 °C.
- Para aquecimentos na temperatura de 450°C, as reduções de resistência, da ordem de 25% e de VPU, de aproximadamente 30%, apesar de não serem consideradas significativas a luz do tratamento estatístico adotado e de não serem, até certo ponto, compatíveis com o observado pelas análises microestruturais, foram condizentes com o observado em alguns trabalhos mencionados neste estudo. Além disso, esses resultados também apontam para a maior possibilidade de manutenção da integridade do material no

interior do concreto, e assim do elemento estrutural de edificações, para aquecimentos até esse nível de temperatura, pelo intervalo de tempo adotado neste estudo (100 a 120 minutos). Porém, isso precisa ser ratificado pela análise da microestrutura do concreto.

- A degradação da matriz cimentícia e da interface pasta-agregados conduzem a perda de integridade do material, ocasionando aumento de trincas e porosidade, o que levou a reduções na resistência à compressão e na VPU.

- A degradação dos constituintes do concreto, pasta e agregados, não sofreu variação pela diferença de idades de aquecimento.

- A espectroscopia Raman mostrou-se uma técnica importante para análises das alterações que ocorrem nas fases do concreto pós-fogo, especialmente para temperaturas inferiores a 500°C. Pois possibilitou identificar mais facilmente a degradação de compostos como a etringita.

- A espectroscopia Raman e o DRX, aplicados em conjunto, possibilitaram identificar a variação do nível de degradação do concreto após exposição ao fogo, a partir das transformações ocorridas nos constituintes tidos como principais indicadores de degradação térmica do material, quer seja os hidratados do cimento (C-S-H, etringita e portlandita) quer seja os obtidos da decomposição deles, e ainda nos agregados. Isso nas duas idades e para os dois tipos de concretos.

- As imagens microscópicas revelaram as alterações na microestrutura da pasta de cimento mediante exposição ao calor, a partir do desaparecimento dos compostos químicos de hidratação do cimento, em especial daqueles mais relevantes para manutenção da integridade da pasta e do concreto.

- As mudanças na morfologia dos constituintes, observadas pelo MEV, foram compatíveis com os resultados de reduções de resistência à compressão axial e VPU, bem como com os resultados de DRX e espectroscopia RAMAN, em especial na temperatura de 800 °C, indicando que o emprego conjunto

dessas técnicas deverá assegurar maior confiabilidade nas avaliações pós-fogo de estruturas de concreto.

- A observação dos resultados em idades de aquecimento que distam entre si quase dois anos, inclusive também considerando temperaturas de queima inferiores a 500°C, que mais se aproximam da maioria das situações de incêndio em estruturas de concreto armado, tornaram possível disponibilizar mais informações sobre a microestrutura do material, além de resistência e VPU residuais, também nesses menores níveis de temperatura.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar estudos com corpos de prova de concreto de menores dimensões visando degradá-los totalmente, e assim avaliar a VPU de maneira mais compatível ao dano no material.
- Investigar de maneira controlada o efeito da variabilidade de temperatura no forno na variação do nível de degradação de corpos de prova.
- Ampliar o tempo de exposição dos corpos de prova ao fogo para verificar, especialmente em temperaturas inferiores a 500°C, a degradação das fases da pasta em camadas mais internas do concreto.
- Ampliar estudos com o emprego da espectroscopia Raman visando verificar a integridade dos concretos pós-fogo, envolvendo um número maior de temperaturas (inclusive inferiores a 600°C) que possibilitem a obtenção de curvas de co-relação R/R_0 em função de deslocamentos Raman de compostos (C-S-H e CaCO_3), com o aumento de temperatura.
- Realizar mais estudos com concretos expostos a elevadas temperaturas em outras idades, visando disponibilizar mais material técnico-científico que possibilite melhores análises pós-incêndio do concreto de estruturas reais.
- Ampliar a análise dos difratogramas, com enfoque no aspecto quantitativo.
- Realizar estudos que levem em conta formas de resfriamentos distintas e que durem mais tempo, promovendo a cura ao ar ou cura com água dos concretos no pós-aquecimento.

REFERÊNCIAS

- [1] MEHTA, P. KUMA.; MONTEIRO, P. J. M. "*Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais*", 3ª ed., São Paulo, IBRACON, 2008.
- [2] ISAIA, G. C. "A Evolução do Concreto Estrutural." In: ISAIA, G. C. I. (Ed.). *Concreto Ciência e Tecnologia*. 1ª ed., capítulo 1, São Paulo, Brasil, IBRACON, 2011.
- [3] BRITEZ, C. A.; COSTA, C. N. "Ações do Fogo nas Estruturas de Concreto." In: ISAIA, G. C. (Ed.). *Concreto Ciência e Tecnologia*. 1ª ed., v.2, capítulo 29, São Paulo, Brasil, IBRACON, 2011.
- [4] ZHANG, Q.; YE, G.; KOENDERS, E. "Investigation of the structure of heated Portland cement paste by using various techniques", *Construction and Building Materials*, v. 38, pp.1040–1050, Nov. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.09.071>.
- [5] PAULON, V.; KIRCHHEIM, A. P. "Nanoestrutura e microestrutura do concreto endurecido." In: ISAIA, G. C. (Ed.). *Concreto Ciência e Tecnologia*, 1ª ed., capítulo 16, v.1, São Paulo, IBRACON, 2011.
- [6] BATTAGIN, A. F., SILVEIRA, A. L. Z. DE P., "Estudo da microestrutura do concreto em situação e incêndio: um termômetro da temperatura alcançada", *Concreto e Construções*, v.89, pp. 44–48, Jan. 2018.
- [7] ROBERT, G.; COLINA, H.; DEBICKI, G. "A durabilidade do concreto mediante ao fogo." In: OLIVIER, J.-P. et al. (Eds.). *Durabilidade do Concreto-Bases científicas para formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente*. 1ª ed., capítulo 12, São Paulo, 2014.
- [8] NONAT, A., "A hidratação dos Cimentos." In: OLIVIER, J.-P. et al. (Eds.). *Durabilidade do Concreto-Bases científicas para formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente*. 1ª ed., capítulo 2, São Paulo, Brasil, IBRACON, 2014.
- [9] KIM, Y. S. et al. "Effect of aggregate on residual mechanical properties of heated ultra-high-strength concrete." *Materials and Structures*, v. 49, n. 9, pp. 3847–3859, 2016. <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0758-4>.
- [10] ANNEREL, E., TAERWE, L., "Revealing the temperature history in concrete after fire exposure by microscopic analysis", *Cement and Concrete Research*, v. 39, pp. 1239-1249, Aug. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.017>
- [11] HAGER, I., "Behavior of cement concrete at high temperature" *Bulletin of the Polish Academy of Sciences, Technical Sciences*, v. 61 (1): pp. 1–10, Mar. 2013. <https://doi:10.2478/bpasts-2013-0013>.
- [12] NEVILLE, A.M. "*Propriedades do Concreto*" 5ª ed., Porto Alegre, Bookman, 2016.
- [13] BERTO, A. F.; OLIVEIRA, C. R. M. DE. "Resistência ao Fogo das Estruturas de Concreto." *Concreto e Construções*, v.89, pp. 22–28, jan. 2018.
- [14] ALCAÍNO, H. S., MAGNA-VERDUGO, C., LÓPEZ, L., "Experimental fast-assessment of post-fire residual strength of reinforced concrete frame buildings based

on non-destructive tests”, *Construction and Building Materials*, v. 234, pp.117371, Nov.2019. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117371>.

[15] ABNT. NBR 15200: Projeto de Estruturas de Concreto em Situação de Incêndio. Rio de Janeiro, 2012.

[16] MATA, K.L., CALDAS, R.B., RODRIGUES, F.C., DIAS, J.V.F., “Análise das temperaturas de um compartimento durante treinamentos de combate a incêndio”, *Ambiente Construído*, v. 20, pp.245-260, Abr. 2020. <https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000200398>.

[17] SILVA, V. P. “Projeto de Estruturas de Concreto em Situação de Incêndio” 2a ed., São Paulo, Blucher, 2016.

[18] VETTER, M.; RODRIGUEZ, J.G.;NAUHA, E., KERR,T., “The use of Raman spectroscopy to monitor phase changes in concrete following high temperature exposure”, *Construction and Building Materials*, v. 204, pp.450–457, Feb. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.165>.

[19] PILAI, C. S.; SANTHAKUMAR, A.R., POONGUZHALI, A., et al., “Evaluation of microstructural and microchemical aspects of high density concrete exposed to sustained elevated temperature”, *Construction and Building Materials*, v. 126, pp.453–465, Sep. 2016. sustained elevated temperature, *Construction and Building Materials*, 126 (2016) 453–465. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.053>.

[20] KERR, T.; KERR, M.; RODRIGUEZ, J.G.,” Evaluating residual compressive strength of post-fire concrete using Raman Spectroscopy”, *Forensic Science International*, v.325, pp.110874, Jun.2021. <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2021.110874>.

[21] MARCELLI, M., “Sinistros na construção civil: causas e soluções para danos e prejuízos em obras”, 1 ed. São Paulo, PINI, 2007.

[22] STOCHINO, F., MISTRETTA, F., MELONI, P., CARCANGIU, G. “Integrated Approach for Post-fire Reinforced Concrete Structures Assessment”, *Periodica Polytechnica Civil Engineering*, v.61(4), pp. 677–699, Feb.2017. <https://doi.org/10.3311/PPci.9830>

[23] ASEEM, A., BALOCH, W.L., KHUSHNOOD, R.A., MUSHTAQ, A., “Structural health assessment of fire damaged building using non-destructive testing and micro-graphical forensic analysis: A case study.”*Case Studies in Construction Materials*, v. 11, pp. e00258, May. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2019.e00258>

[24] FERNANDES, B.; GIL, A.M.; BOLINA, F.L.; TUTIKIAN, B.F., "Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures:physico-chemical changes and analysis techniques", *IBRACON Structures and Materials Journal*, v.10, n. 4, pp. 838–863, Sem.2017. <https://doi.org/10.1590/s1983-41952017000400004>.

[25] RAMA, J. S. K.; B.S. GREWAL."Evaluation of Efficiency of Non-destructive Testing Methods for Determining the Strength of Concrete Damaged by Fire", *Advances in Structural Engineering*, v.3, pp. 2567–2578, Jan. 2015. https://doi.org/10.1007/978-81-322-2187-6_198.

- [26] HWANG, E.; GYUYONG K.A., GYEONGCHEOL C.A., MINHO Y.A., NENAD G.B., JEONGSOO N., "Evaluation of concrete degradation depending on heating conditions by ultrasonic pulse velocity", *Construction and Building Materials*, v. 171, pp.511–520, Mar. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.178>
- [27] PESKOVÁ,S., MACHOVIC, V., PROCHÁZKA,P., "Raman spectroscopy structural study of fired concrete", *Journal Ceramic e Silikaty*, v.55, pp. 410–417, oct. 2011. https://www.ceramics-silikaty.cz/index.php?page=cs_detail_doi&id=330
- [28] SEITO, A.L., et al., "A segurança contra incêndio no Brasil.", 1ª ed., São Paulo, Projeto, 2008.
- [29] ALQASSIM, M.A., JONES, M.R., BERLOUIS, L.E.A., DAEID, N. NIC., "A thermoanalytical, X-ray diffraction and petrographic approach to the forensic assessment of fire affected concrete in the United Arab Emirates", *Forens. Sci.*, v. 264 pp.82–88, Mac.2016. <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2016.03.015>
- [30] BRITZ, C.A., "Avaliação de pilares de concreto armado colorido de alta resistência, submetidos a elevadas temperaturas", M.S. Tese, Departamento de Engenharia Civil, Escola Politécnica da USP, São Paulo, SP, Brasil, 2011. [Online] disponível: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-31052011-170216/pt-br.php>.
- [31] Acka, A.H., Özyurt, N., "Post-fire mechanical behavior and recovery of structural reinforced concrete beams", *Construction and Building Materials*, v. 253, pp. 1-10, Apr.2020. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119188>.
- [32] ZHANG, H. Y., LI, Q.Y., KODUR, V., LV, H.R., "Effect of cracking and residual deformation on behavior of concrete beams with different scales under fire exposure", *Engineering Structures*, v.245, pp. e112886, Oct.2021. <https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2021.112886>
- [33] NETO, C. S. "Agregados Naturais, Britados e Artificiais para Concreto." In: ISAIA, G. C. (Ed.). *Concreto Ciência e Tecnologia*. 1ª ed, capítulo 7, São Paulo, Brasil, IBRACON, 2011.
- [34] APPLETON, J., "Construções em Betão-Nota histórica sobre a sua evolução", disponível em <http://www.civil.ist.utl.pt > Construcoes Em Betao>. Acesso em out. de 2022.
- [35] SCHMIDA, T., DARIZ, P., "Shedding light onto the spectra of lime: Raman and luminescence bands of CaO, Ca(OH)₂ and CaCO₃", *Journal of Raman Spectroscopy*, v.46, pp. 141–146, Dec. 2014. <https://doi.org/10.1002/jrs.4622>
- [36] KIRKPARTICK, R.J., YARGER. J. L., MCMILLAN, P.F., et al., "Raman spectroscopy of C-S-H, tobermorite, and jennite", *Advanced Cement Based Materials*, v.5, pp. 93–99, May 1997. [https://doi.org/10.1016/S1065-7355\(97\)00001-1](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(97)00001-1)
- [37] POTGIETER-VERMAAK, S.S., J.H., BELLEIL, M., et al., "The application of Raman spectrometry to the investigation of cement: Part II: a micro-Raman study of OPC, slag and fly ash", *Cement and Concrete Research*, v.36, pp. 663-670, Sep. 2005. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.09.010>.

- [38] GARG, N., "Raman Spectroscopy for Characterizing and Determining the Pozzolanic Reactivity of Fly Ashes", Master of Science, Iowa State University, Ames, Iowa, USA, 2012.
[Online]disponível:https://www.researchgate.net/publication/258694643_Raman_spectroscopy_for_characterizing_and_determining_the_pozzolanic_reactivity_of_fly_ashes.
- [39] RENAUDIN, et al, "A Raman study of the sulfated cement hydrates: ettringite and monosulfoaluminate", Journal Advanced Concrete and Technology, v.5, pp. 299–312, Nov. 2007. <https://doi.org/10.3151/jact.5.299>
- [40] NONAT, A. "The structure and stoichiometry of C-S-H.", Cement and concrete research, v. 34, pp.1521–1528, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.04.035>
- [41] RICHARDSON, I. "The calcium silicate hydrates." Cement and concrete research, v. 38, pp.137-158, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.11.005>
- [42] CONSICIÓN, H.C.P., " Modificação de pastas de cimentação com nanopartículas de C-S-H sob diferentes temperaturas", Dissertação de mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia da Nanotecnologia, COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2019. <http://hdl.handle.net/11422/14024>
- [43] RYU, E.; SHIN, Y.; KIM, H."Effect of Loading and Beam Sizes on the Structural Behaviors of Reinforced Concrete Beams Under and After Fire." International Journal of Concrete Structures and Materials, v. 12, n. 1, pp.01-10, 2018. <https://doi.org/10.1186/s40069-018-0280-5>
- [44] CEN. Eurocode 2: design of concrete structures – part 1.2: general rules – structural fire design, Brussels, 2004.
- [45] GONÇALVES, J. C. V. et al. Materiais de construção civil para a região metropolitana de Aracaju. 7ª ed., Salvador, CODISE-CPRM , 2011.
- [46] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS ABNT. NBR 13860:Glossário de termos relacionados a segurança contra incêndios. Rio de Janeiro, 1997.
- [47] AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. ACI 216R-89: Guide for Determining the Fire Endurance of Concrete Elements, New York, 1996.
- [48] COSTA, C.N.; SILVA, V.P. "Revisão Histórica das Curvas Padronizadas de Incêndio" Seminário Internacional NUTAU 2006: Inovações Tecnológicas e Sustentabilidade, 2006.
[online]disponível:https://www.researchgate.net/publication/340682840_Revisao_historica_das_curvas_padronizadas_de_incendio
- [49] TUFAIL, M. et al. "Effect of Elevated Temperature on Mechanical Properties of Limestone, Quartzite and Granite Concrete." International Journal of Concrete Structures and Materials, v. 11, n. 1,pp. 17–28, 2017. <https://doi.org/10.1007/s40069-016-0175-2>

- [50] COSTA, C. N. Dimensionamento de elementos de concreto armado em situação de incêndio. Tese de doutorado, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil, 2008. [online] disponível: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3144/tde-04092008-155911/pt-br.php>.
- [51] LORENZI, A. et al. "Emprego de Ensaios Não Destrutivos para Inspeção de Estruturas de Concreto." Revista de Engenharia Civil IMED, v. 3, n. 1, pp. 3–13, 2016. disponível: https://www.researchgate.net/publication/305221326_Emprego_de_Ensaios_Nao_Destrutivos_para_Inspcao_de_Estruturas_de_Concreto.
- [52] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS E INSPEÇÃO (ABENDI). Guia Abendi 2018, IN: Vilar, C. et al. (ed), São Paulo, 2018.
- [53] RHEE, J. Y.; CHOI, J. J.; KEE, S. H. "Evaluation of the Depth of Deteriorations in Concrete Bridge Decks with Asphalt Overlays Using Air-Coupled GPR: A Case Study from a Pilot Bridge on Korean Expressway." International Journal of Concrete Structures and Materials, v.13, n. 1, pp. 01-17, 2019. <https://doi.org/10.1186/s40069-018-0327-7>
- [54] ADAMATTI, D. S. et al. "Analysis of reinforced concrete structures through the ultrasonic pulse velocity: technological parameters involved." Revista IBRACON de Estruturas e Materiais, v.10, n. 2, pp. 358–385, 2017. <https://doi.org/10.1590/S1983-41952017000200006>
- [55] PARK, G. K.; YIM, H. J. "Evaluation of Fire-Damaged Concrete: An Experimental Analysis based on Destructive and Nondestructive Methods." International Journal of Concrete Structures and Materials, v. 11, n. 3, pp. 447–457, 2017. <https://doi.org/10.1007/s40069-017-0211-x>
- [56] DAUNGWILAILUK, T.; CAO, T. N.; PANSUK, W. "Evaluating damaged concrete depth in reinforced concrete structures under different fire exposure times by means of NDT and DT techniques." Engineering Journal, v. 21, n. 7, pp. 233–249, 2017. <https://doi.org/10.4186/ej.2017.21.7.233>
- [57] ALFREDO-CRUZ, R. A.; QUINTERO-ORTIZ, L. A.; GALÁN-PINILLA, C. A.; ESPINOSA-GARCÍA, E. J. "Evaluación de Técnicas no Destructivas en Elementos de Concreto Para Puentes." Revista Facultad de Ingeniería, v. 24, n. 40, pp. 83-96, 2015. . [online] disponível: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0121-11292015000300008
- [58] CHUN, P. et al. "Random forest-based evaluation technique for internal damage in reinforced concrete featuring multiple nondestructive testing results." Construction and Building Materials, v. 253, pp.e119238, Ap. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119238>
- [59] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT. NBR 8802: Concreto endurecido - Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica. Rio de Janeiro, 2019.
- [60] PROCEQ. Instruções Operacionais: *Pundit Lab / Pundit Lab+* - Instrumento Ultrassônico. 32f. 2017.

- [61] EDINBURGH INSTRUMENTS. "What is Raman Spectroscopy?" Disponível em: What is Raman Spectroscopy? | Raman Spectroscopy Principle (edinst.com). Acesso em: 01 dez. 2022. <https://www.edinst.com/blog/what-is-raman-spectroscopy/>
- [62] DAI MOLIN, D.C. "Técnicas experimentais para o estudo da microestrutura." In: ISAIA, G. C. (Ed.). *Materiais de Construção Civil e Princípio de Ciência e Engenharia de Materiais*. 2a ed., capítulo 14, São Paulo, Brasil, IBRACON, 2010.
- [63] ASKELAND, D.R.; WRIGHT, W.J. "Ciência e Engenharia dos Materiais", 3ª ed., São Paulo, Cengage Learning, 2014.
- [64] LIMA, R.C.A., "Investigação do comportamento de concretos em temperaturas elevadas", M.S. Tese, Escola de Engenharia, Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil da UFRGS, Porto Alegre, RS, Brasil, 2005. [online] disponível: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/5085>
- [65] EHRENBRING, H. Z. et al. "Avaliação da resistência residual de lajes alveolares em concreto armado em uma edificação industrial após incêndio." *Revista Matéria*, v.22, n. 3, pp. e11874, 2017. <https://doi.org/10.1590/S1517-707620170003.0208>
- [66] HASSAN, A. et al. "Retrofitting of different types of reinforced concrete beams after exposed to elevated temperature." *Engineering Structures*, v. 194, pp. 420–430, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2019.05.084>
- [67] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT. NBR 8953: Concreto para fins estruturais - Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência. Rio de Janeiro, 2015.
- [68] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT. NBR 12655: Concreto de cimento Portland - Preparo, controle, recebimento e aceitação - Procedimento. Rio de Janeiro, 2015.
- [69] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT. NBR 5738: Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro, 2016.
- [70] RILEM-Materials and Structures. Parte 1-Introduction: "Recommendation of RILEM TC 200-HTC: mechanical concrete properties at high temperatures—modelling and applications". v. 40, pp.855–864, 2007.
- [71] RILEM-Materials and Structures. Parte 2-Stress-strain relation: "Recommendation of RILEM TC 200-HTC: mechanical concrete properties at high temperatures—modelling and applications". v. 40, pp.841–853, 2007.
- [72] NUNES, D.A., "Efeito da degradação de concreto a diferentes temperaturas nas propriedades mecânicas e tenacidade à fratura", Dissertação de mestrado, Programa de de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materias, P2CEM-UFS, São Cristóvão, SE, Brasil, 2022. [Online] disponível: <http://ri.ufs.br/jspui/handle/riufs/16688>

[73] ONGAH, R.; MENDIS,P; SANJAYAN,J., “Fire performance of high strength reinforced concrete walls”. In Y. C. Loo, & et al (Eds.), *Advances in Mechanics of Structures and Materials: Proceedings of the 17th Australasian Conference on the Mechanics of Structures and Materials*, pp. 199 – 204, Lisse: Netherland: A A Balkema, 2002.

[74] RILEM-Materials and Structures. “Recommendation of RILEM TC249-ISC on non destructive in situ strength assessment of concrete”, v. 52, pp.01–21, 2019.

[75] Santos, M.A., “ Verificação do atendimento às exigências da segurança contra incêndio de elementos estruturais em concreto armado do pavilhão de construção civil e do pavilhão Leyda Régis do IFS-campus Aracaju”. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação de Bacharelado em Engenharia Civil) – Instituto Federal de Sergipe, Aracaju, SE, Brasil, 2022. [Online] disponível: <https://repositorio.ifs.edu.br/biblioteca/handle/123456789/1626>.

[76] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT. NBR 5739: Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2018.