



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

GUILHERME PEROSSO ALVES

**INVESTIGAÇÃO MICRO E MACROESTRUTURAL DE
ARGAMASSAS SUBMETIDAS A ELEVADAS
TEMPERATURAS**

Londrina
2018

GUILHERME PEROSSO ALVES

**INVESTIGAÇÃO MICRO E MACROESTRUTURAL DE
ARGAMASSAS SUBMETIDAS A ELEVADAS
TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada ao curso de Pós-graduação em Engenharia de Edificações e Saneamento da Universidade Estadual de Londrina.

Orientadora: Profa. Dra. Berenice Martins Toralles.

Londrina
2018

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UEL

Alves, Guilherme Perosso.

INVESTIGAÇÃO MICRO E MACROESTRUTURAL DE ARGAMASSAS SUBMETIDAS A ELEVADAS TEMPERATURAS / Guilherme Perosso Alves. - Londrina, 2018.
141 f.

Orientador: Berenice Martins Toralles.

Dissertação (Mestrado em Edificações e Saneamento) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Tecnologia e Urbanismo, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Edificações e Saneamento, 2018.

Inclui bibliografia.

1. Aquecimento. - Tese. 2. Propriedades residuais. - Tese. 3. Silicato de cálcio hidratado. - Tese. 4. Reidratação. - Tese. I. Toralles, Berenice Martins. II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Tecnologia e Urbanismo. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Edificações e Saneamento. III. Título.

GUILHERME PEROSSO ALVES

**INVESTIGAÇÃO MICRO E MACROESTRUTURAL DE ARGAMASSAS
SUBMETIDAS A ELEVADAS TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-graduação em Engenharia de Edificações e Saneamento da Universidade Estadual de Londrina, como requisito parcial à obtenção ao título de Mestre.

BANCA EXAMINADORA

Orientadora: Profa. Dra. Berenice Martins
Torales
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Prof Dr Antônio Domingues de Figueiredo
Universidade de São Paulo - USP

Prof Dr Luiz Roberto Prudêncio Júnior
Universidade Federal de Santa Catarina -
UFSC

Londrina, 03 de dezembro de 2018.

AGRADECIMENTOS

A Prof.^a Dr.^a Berenice Martins Toralles que dividiu comigo um pouco de seu vasto conhecimento e mais que minha orientadora foi meu guia nesta empreitada, dedicando toda a sua costumeira competência, paciência, sua compreensão e inteira colaboração desde o início.

Ao Prof. Dr. Leandro Vanalli, pelo auxílio e presteza, e o conhecimento transmitido sobre o assunto abordado.

Aos meus pais, José Felipe Alves e Solange Maria Perosso Alves pelo amor, carinho, apoio, compreensão e dedicação, mesmo distantes estiveram na minha mente e no meu coração durante todo o tempo.

Aos minhas companheiras Noelli Nara Rodrigues, Marcella Ribeiro e Rafaella Salvador Paulino por terem compartilhado os momentos fáceis e difíceis desde o início do mestrado, pelas incontáveis horas de estudos juntos.

Aos Srs. Genilson e Coutinho, do Laboratório de Concreto do DTC/UEM, pela força e todo o apoio no desenvolvimento das atividades experimentais.

Aos professores do programa de pós- Graduação em Engenharia de edificações e saneamento, pelo conhecimento compartilhado.

Finalmente, a todas as pessoas que de uma ou outra forma estiveram presente prestando-me auxílio e ajudando-me a seguir em frente.

ALVES, G. P. **Investigação micro e macroestrutural de argamassas submetidas a elevadas temperaturas**. 2018. 142 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Edificações e Saneamento) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2018.

RESUMO

Quando uma argamassa é submetida a elevadas temperaturas, as fases cristalinas que formam a sua microestrutura deformam-se e, por consequência, em escala macroestrutural, muitas de suas características físicas e propriedades mecânicas podem ser alteradas. O restante das propriedades pós-exposição é chamado de propriedade residual e o entendimento dos seus efeitos sobre as características e propriedades inicialmente requeridas das argamassas permite um melhor diagnóstico sobre o sinistro e a estimativa sobre os danos causados. Neste sentido, o presente trabalho se propôs a investigar as alterações ocorridas nas escalas micro e macroestrutural de argamassas em regime transiente de temperatura. Foram moldados corpos de prova cilíndricos com dimensões (50x100) mm e (20x40) mm com traço fixado de 1:3 que foram submetidos às temperaturas de (150, 300, 600 e 900) °C e resfriados em regime escalonado e brusco. Além disso, finos de basalto foram incorporados às argamassas para a verificação da sua capacidade de manutenibilidade das propriedades residuais. Para a avaliação microestrutural, as amostras foram ensaiadas em MEV, μ -CT e TG/DTG a fim de detectar a presença e morfologia dos cristais, a alteração da porosidade inicial e a identificação dos picos de perda de massa, respectivamente. Além disso, as propriedades mecânicas residuais em termos de resistência à compressão e módulo de elasticidade dinâmico foram avaliadas. Os resultados evidenciaram como os produtos de hidratação se decompõem, podendo em certos casos, serem reidratados, resultando em alterações de porosidade e, conseqüentemente, de resistência à compressão. Verificou-se que o efeito das temperaturas é mais evidente a partir dos 600 °C. Para todas as amostras, os piores resultados foram registrados nas argamassas submetidas a 900 °C e resfriadas bruscamente.

Palavras-chave: Aquecimento. Propriedades residuais. Silicato de cálcio hidratado. Reidratação.

ALVES, G. P. **Micro and macrostructural investigation of mortars subjected to elevated temperatures.** 2018. 142 p. Dissertation (Master in Buildings Engineering and Sanitation) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2018.

ABSTRACT

When a mortar is subjected to elevated temperatures, the crystalline phases that form its microstructure deform and consequently, on a macrostructural scale, many of its physical characteristics and mechanical properties can be altered. The remainder of the properties is called residual property and the understanding of their effects on the characteristics and properties initially required of mortars allows a better diagnosis and estimation of the damages caused. Thus, the aim of this study was to investigate the changes that occurred in the micro and macrostructural scales of mortars in a transient temperature regime. The samples of mortar with dimensions (50 x 100) mm and (20 x 40) mm and 1:3 mixtures were molded, exposed to temperatures of (150, 300, 600 and 900) °C and cooled in slowly and abrupt regimes. In addition, the basalt compounds were incorporated into the mortars to verify their ability to maintain the residual properties. In the microstructural evaluation, the samples were tested in MEV, μ -CT and TG / DTG in order to detect the presence and morphology of the crystalline structures, the alteration of the initial porosity and the identification of the weight loss peaks. The residual compressive strength and dynamic elasticity modulus were evaluated. The results showed how the hydration products decompose and rehydrate in some cases, resulting in changes in porosity and, consequently, in compressive strength. It was proved that the effect of temperatures is more evident from 600 ° C. For all the samples, the worst results were registered in mortars submitted to 900 °C and cooled abruptly.

Palavras-chave: Heating. Residual properties. Hydrated calcium silicate. Rehydration.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1.	Morfologia dos cristais de (a) C-S-H e (b) CH.....	19
Figura 2.2.	Cristal de (a) etringita (AFt) e (b) monossulfato hidratado (AFm).....	21
Figura 2.3.	Termogravimetria do cimento CPV-ARI anidro.	28
Figura 2.4.	Esquema do sistema de aquisição de dados da μ -CT.....	29
Figura 2.5.	Seleção das seções microtomográficas das argamassas.....	30
Figura 2.6.	Coloração da pasta, argamassa e concreto em elevadas temperaturas.....	37
Figura 3.1.	Estratégia da pesquisa.....	45
Figura 3.2.	Curva granulométrica do agregado miúdo.	47
Figura 3.3.	Curva Granulométrica do Pó de Basalto.....	49
Figura 3.4.	Estabilização da massa das amostras em dessecador de vidro.	50
Figura 3.5.	Fluxograma de atividades desenvolvidas na Campanha Experimental I.	51
Figura 3.6.	Mufla elétrica utilizada nos ensaios de aquecimento.	52
Figura 3.7.	Esquema do ensaio de aquecimento/resfriamento das argamassas.	53
Figura 3.8.	Atividades desenvolvidas na Campanha Experimental II.....	54
Figura 3.9.	Termopares tipo K utilizados neste trabalho.	55
Figura 3.10.	Atividades desenvolvidas na Campanha Experimental III.....	57
Figura 3.11.	Equipamento de microtomografia utilizado neste trabalho.....	59
Figura 3.12.	Equipamento de ultrassom utilizado neste trabalho.....	62
Figura 4.1.	Formação dos cristais de CH (a) e (b); AFt em (c), (d), (e) e (f).....	65
Figura 4.2.	Cristais de AFt, CH e C-S-H aos 150 °C.....	66
Figura 4.3.	Presença de CH próximo aos poros e C-S-H aos 300 °C.....	68
Figura 4.4.	Cristais de CH e presença de C-S-H aos 600 °C.....	70
Figura 4.5.	Expansão do CH em R05_B (a) e R06_B (b).	71
Figura 4.6.	Fusão de partícula de areia; presença de CaCO ₃ e formação de CH secundário a 900 °C.	73
Figura 4.7.	Nova estrutura formada nas amostras R05_B a 900 °C.	75

Figura 4.8.	Análise de espectroscopia do cristal formado a 900 °C.	76
Figura 4.9.	Variação da resistência em função da elevação de temperatura.....	80
Figura 4.10.	Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) R05_E e (b) R05_B.....	81
Figura 4.11.	Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) R06_E e (b) R06_B.....	82
Figura 4.12.	Teste de hipótese em 150 °C para (a) R05 e (b) R06.....	83
Figura 4.13.	Teste de hipótese em 300 °C para (a) R05 e (b) R06.....	83
Figura 4.14.	Teste de hipótese em 600 °C para (a) R05 e (b) R06.....	84
Figura 4.15.	Módulo de elasticidade em função da elevação de temperatura.....	86
Figura 4.16.	Pós-teste Tukey HSD para o módulo de elasticidade residual de (a) R05_E e (b) R05_B.	87
Figura 4.17.	Pós-teste Tukey HSD para o módulo de elasticidade residual de (a) R06_E e (b) R06_B.	88
Figura 4.18.	Teste de hipótese em 150 °C para (a) R05 e (b) R06.....	89
Figura 4.19.	Teste de hipótese em 300 °C para (a) R05 e (b) R06.....	89
Figura 4.20.	Teste de hipótese em 600 °C para (a) R05 e (b) R06.....	90
Figura 4.21.	Mudança de coloração e textura nas argamassas.....	90
Figura 4.22.	Curvas temperatura x tempo para (a) 150 °C, (b) 300 °C, (c) 600 °C, (d) 900 °C.....	93
Figura 4.23.	Cristais de (a), (b) e (c) AFt, (d), (e) CH e (f) pó de basalto.	96
Figura 4.24.	Presença dos cristais de AFt, CH e C-S-H aos 150 °C.....	97
Figura 4.25.	Presença de CH próximo aos poros e C-S-H aos 300 °C.....	99
Figura 4.26.	Cristais de CH e presença de C-S-H aos 600 °C.....	101
Figura 4.27.	Fusão da areia; presença de CaCO ₃ e CH secundário a 900 °C.	102
Figura 4.28.	Variação da porosidade em argamassas submetidas a elevadas temperaturas.....	105
Figura 4.29.	Variação da distribuição do tamanho de poros em (a) 150 °C, (b) 300 °C, (c) 600 °C e (d) 900 °C.....	107
Figura 4.30.	Seções tomográficas das amostras ensaiadas.	108
Figura 4.31.	Fissuras na zona de transição para a amostra em 900 °C.	109

Figura 4.32.	Perfil poroso das argamassas em (a) 150 °C, (b) 300 °C, (c) 600 °C e (d) 900 °C.....	110
Figura 4.33.	Curvas TG/DTG de PB0.	112
Figura 4.34.	Curvas TG/DTG de PB15.	114
Figura 4.35.	Variação da resistência em função da elevação de temperatura.....	118
Figura 4.36.	Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) PB0_E e (b) PB0_B.....	120
Figura 4.37.	Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) PB15_E e (b) PB15_B.....	120
Figura 4.38.	Teste de hipótese das amostras em 150 °C para (a) PB0 e (b) PB15.....	121
Figura 4.39.	Teste de hipótese das amostras em 300 °C para (a) PB0 e (b) PB15.....	121
Figura 4.40.	Teste de hipótese das amostras em 600 °C para (a) PB0 e (b) PB15.....	122
Figura 4.41.	Variação do módulo de elasticidade em função da elevação de temperatura.....	124
Figura 4.42.	Tukey HSD do módulo de elasticidade para (a) PB0_E e (b) PB0_B.	126
Figura 4.43.	Tukey HSD do módulo de elasticidade para (a) PB0 e (b) PB15.	126
Figura 4.44.	Teste de hipótese em 150 °C para (a) PB0 e (b) PB15.	127
Figura 4.45.	Teste de hipótese em 300 °C para (a) PB0 e (b) PB15.	127
Figura 4.46.	Teste de hipótese em 600 °C para (a) PB0 e (b) PB15.	128
Figura 4.47.	Alterações colorimétricas nas argamassas e agregados.....	129

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1.	Eliminação das parcelas de água em altas temperaturas.....	23
Tabela 2.2.	Transformações sofridas por concretos em altas temperaturas.	26
Tabela 2.3.	Resistência à compressão residual em função da temperatura.....	32
Tabela 2.4.	Módulo de elasticidade residual em função da temperatura.	34
Tabela 2.5.	Alterações colorimétricas de concretos em altas temperaturas.....	36
Tabela 2.6.	Condutividade térmica para concretos com diferentes agregados. ...	39
Tabela 2.7.	Difusividade térmica para concretos com diferentes agregados.....	41
Tabela 2.8.	Variação da condutividade e da difusividade térmica em função do aumento de temperatura.	41
Tabela 3.1.	Características do cimento Portland CP V-ARI.....	46
Tabela 3.2.	Caracterização do agregado miúdo.....	47
Tabela 3.3.	Caracterização do Pó de Basalto.	48
Tabela 3.4.	Consumo de materiais.....	50
Tabela 3.5.	Procedimento de aquecimento das amostras.....	53
Tabela 3.6.	Ensaio realizados e quantidade de amostras da Campanha Experimental III.....	58
Tabela 3.7.	Parâmetros de aquisição do ensaio microtomográfico.	60
Tabela 4.1.	Resistência à compressão residual.	77
Tabela 4.2.	ANOVA aplicada aos resultados de resistência à compressão residual.....	81
Tabela 4.3.	Módulo de elasticidade dinâmico residual.	84
Tabela 4.4.	ANOVA aplicada aos resultados de módulo de elasticidade residual.....	87
Tabela 4.5.	Ajuste do procedimento de tempo de aquecimento.....	94
Tabela 4.6.	Quantificação da porosidade das amostras obtida por microtomografia.....	104
Tabela 4.7.	Resistência à compressão residual de PB0 e PB15.....	116
Tabela 4.8.	ANOVA para resistência à compressão residual de PB0 e PB15....	119
Tabela 4.9.	Módulo de elasticidade dinâmico residual.	123
Tabela 4.10.	ANOVA aplicada aos resultados de módulo de elasticidade residual.....	125

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

β -C ₂ S	Belita
β CS	wosllatonita
ρ	Massa específica
δ	Difusividade térmica
μ -CT	Microtomografia computadorizada
a/c	Água/cimento
AFt	Etringita
AFm	Monossulfato hidratado
Al ₁₀ Si ₈ O ₃₁	Xenolita
c	Calor específico
C ₃ A	Aluminato tricálcico
C ₄ AF	Ferro-aluminato tetra-cálcico
C ₂ S	Silicato bicálcico
C ₃ S	Silicato tricálcico
C ₃ S ₂ H ₃	Silicato de cálcio hidratado
C ₅ S ₆ H ₅	Tobermorita
Ca	Cálcio
Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio hidratado
Ca ₂ SiO ₃ (OH) ₂	Helebrandita
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
CH	Hidróxido de cálcio hidratado
CO ₂	Dióxido de carbono
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
DTG	Termogravimetria derivada
EDS	Espectroscopia por dispersão de energia de Raios X
k	Condutividade térmica
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
RB	Resfriamento brusco
RE	Resfriamento escalonado
SiO ₂	Dióxido de silício
TG	Termogravimetria

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	14
1.1	Justificativa.....	15
1.2	Objetivo geral.....	16
1.3	Objetivos específicos.....	16
1.4	Questão de pesquisa	16
1.5	Hipótese	16
1.6	Delimitações da pesquisa.....	16
1.7	Estrutura do trabalho	17
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
2.1	Microestrutura das argamassas em temperatura ambiente.....	18
2.2	Degradação microestrutural associada às elevadas temperaturas.....	21
2.2.1	Investigação microestrutural das argamassas em elevadas temperaturas.....	27
2.2.1.1	Termogravimetria e termogravimetria derivada – TG/DTG.....	27
2.2.1.2	Microtomografia computadorizada – μ -CT.....	28
2.3	Degradação macroestrutural associada às elevadas temperaturas.....	31
2.3.1	Varição nos valores de resistência à compressão.....	31
2.3.2	Varição do módulo de elasticidade.....	33
2.3.3	Mudança de coloração e textura	35
2.4	Propriedades termofísicas da argamassa.....	37
2.4.1	Condutividade térmica (k)	38
2.4.2	Difusividade térmica (δ).....	40
2.4.3	Calor específico (c)	41
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	42
3.1	Estratégia de Pesquisa	43
3.2	Materiais	46
3.2.1	Aglomerante.....	46

3.2.2	Agregado.....	46
3.2.3	Finos de basalto	48
3.3	Métodos.....	49
3.3.1	Produção das argamassas	49
3.3.1.1	Cura das amostras	50
3.3.2	Campanha Experimental I.....	51
3.3.2.1	Ensaio preliminar de aquecimento e resfriamento.....	52
3.3.3	Campanha Experimental II.....	54
3.3.4	Campanha Experimental III.....	56
3.3.1	Descrição dos ensaios realizados em escala microestrutural.	58
3.3.1.1	Microscopia de varredura eletrônica (MEV).....	59
3.3.1.2	Microtomografia (μ -CT).....	59
3.3.1.3	Termogravimetria e termogravimetria derivada (TG/DTG)	61
3.3.2	Descrição dos ensaios realizados em escala macroestrutural	62
3.3.2.1	Análise estatística	63
4.	RESULTADOS E ANÁLISE.....	64
4.1	Campanha Experimental I.....	64
4.1.1	Alterações na microestrutura.....	64
4.1.2	Alterações na macroestrutura.....	77
4.1.2.1	Resistência à compressão residual.....	77
4.1.2.2	Módulo de elasticidade dinâmico residual.....	84
4.1.2.3	Mudança da coloração	90
4.1.2.4	Considerações da Campanha Experimental I.....	91
4.2	Campanha Experimental II.....	92
4.2.1.1	Considerações da Campanha Experimental II.....	94
4.3	Campanha Experimental III.....	95
4.3.1	Alterações microestruturais	95
4.3.1.1	Decomposição dos produtos de hidratação.....	96
4.3.1.2	Alteração da porosidade.....	103
4.3.1.2.1	Alteração do perfil poroso das amostras	110

4.3.1.3	Análise termogravimétrica TG/DTG	112
4.3.2	Alterações macroestruturais	115
4.3.2.1	Resistência à compressão residual	116
4.3.2.2	Módulo de elasticidade residual	123
4.3.2.3	Mudança na coloração	128
4.3.2.4	Considerações da Campanha Experimental III	130
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	132
6.	BIBLIOGRAFIA.....	135

1. INTRODUÇÃO

As alterações ocorridas em argamassas que foram submetidos a elevadas temperaturas estão relacionadas a diversos eventos físicos e químicos que acontecem em escala microestrutural, desde o momento em que a temperatura se eleva até depois que o material foi resfriado. Entre estes eventos destacam-se a eliminação de água, a desidratação e a alteração morfológica das fases cristalinas, a movimentação térmica diferenciada entre pasta e agregado, entre outros.

Em escala macroestrutural, a ocorrência simultânea desses eventos é refletida em uma alteração das características físicas e das propriedades mecânicas iniciais dos materiais, podendo em alguns casos, levá-los ao colapso.

Embora os concretos apresentem um comportamento satisfatório frente à elevação de temperatura, visto que estes são materiais não inflamáveis, de baixa condutividade térmica e difusão de calor, quando estes materiais são submetidos a determinadas temperaturas, várias de suas características e propriedades podem ser afetadas, principalmente no que se refere à cor, textura, resistência mecânica e módulo de elasticidade (SEZER, SEZER e YAZICI, 2015), podendo o mesmo pensamento ser aplicado às argamassas.

Por outro lado, algumas dessas características, como a porosidade, o teor de umidade e o nível de hidratação do cimento, assim como a velocidade de aquecimento, tempo de exposição à temperatura de ensaio e o modo de resfriamento empregado são determinantes na manutenção do desempenho inicial dos materiais (DJAKNOUN, OUEDRAOGO e BENYAHIA, 2012).

Neste contexto, o presente trabalho avaliou, em escala micro e macroestrutural, as alterações ocorridas em argamassas com diferentes relações a/c e com adição de pó de basalto, que foram submetidas a diferentes temperaturas e regimes de resfriamento escalonado (RE) e brusco (RB).

Em escala microestrutural observou-se a presença e a morfologia das estruturas da pasta de cimento, as alterações de porosidade e os picos endotérmicos de perda de massa. Na macroestrutura, as propriedades mecânicas residuais, ou seja, a parcela dessas propriedades que foi mantida pelas argamassas depois de terem sido aquecidas e resfriadas, expressas em valores de resistência à compressão e módulo de elasticidade dinâmico, também foram aferidas.

1.1 Justificativa

Os diferentes materiais que constituem uma argamassa trabalham conjuntamente, apresentando propriedades mecânicas satisfatórias para o intervalo de temperatura dentro das condições típicas de utilização. Entretanto, quando submetida a elevadas temperaturas a argamassa apresenta um comportamento complexo, pois à medida que a mesma é aquecida, os seus constituintes desidratam e se decompõem em temperaturas e velocidades distintas.

Além disso, as respostas das argamassas frente à elevação de temperatura nas escalas micro e macroestrutural estão relacionadas às propriedades termofísicas dos materiais. A partir de determinadas temperaturas os agregados siliciosos expandem-se enquanto a pasta de cimento tende à retração por desidratação, configurando uma incompatibilidade térmica entre essas fases (LIMA, 2005).

Esta incompatibilidade (a expansão das partículas de areia e a simultânea retração da pasta de cimento) pode provocar tensões na interface pasta-agregado, conduzindo eventualmente, à fissuração e ao deslocamento. Evidencia-se, portanto, a necessidade de se entender como as alterações progressivas na microestrutura das argamassas são refletidas em escala macroestrutural.

Dentro desta realidade, é imprescindível a realização de estudos que busquem investigar as alterações ocorridas nas argamassas submetidas a elevadas temperaturas a fim de antever o seu comportamento diante do sinistro.

1.2 Objetivo geral

Investigar a micro e macroestrutura de argamassas que foram submetidas a elevadas temperaturas e diferentes regimes de resfriamento, verificando suas características físicas e propriedades mecânicas residuais.

1.3 Objetivos específicos

- Padronizar um procedimento de velocidade de aquecimento e o tempo de exposição que garanta atendimento às temperaturas absolutas de ensaio no interior das amostras;
- Avaliar a influência da incorporação de finos de basalto na manutenibilidade das propriedades mecânicas das argamassas frente à elevação de temperatura.

1.4 Questão de pesquisa

A elevação da temperatura e o tipo de resfriamento influenciam o comportamento residual das argamassas nas escalas micro e macroestrutural?

1.5 Hipótese

A hipótese é que, uma vez conhecidas as propriedades residuais e as alterações na microestrutura das argamassas que foram submetidas a elevadas temperaturas, seja possível antever o seu comportamento.

1.6 Delimitações da pesquisa

O estudo se delimita a investigar as alterações ocorridas nas escalas micro e macroestrutural em argamassas com traço 1:3, configurando uma argamassa básica cujas aplicações podem estar relacionadas ao assentamento de blocos em paredes de alvenaria ou às camadas de revestimento argamassado, e com relações água/cimento (a/c) de 0,5 e 0,6, que foram submetidas às

temperaturas de 150 °C, 300 °C, 600 °C e 900 °C e regimes de resfriamento escalonado (RE) e brusco (RB).

O efeito da adição de 15% de pó de basalto, em relação à massa de cimento, na manutenibilidade das propriedades mecânicas das argamassas também foi verificado.

Cabe salientar que entende-se como argamassa básica o material composto por um ou mais aglomerantes e agregado miúdo, isto é, passante na peneira 4,8 mm, podendo ou não conter adições e aditivos.

Ressalta-se ainda que, neste trabalho, questões relacionadas ao contato com o fogo e situações de incêndio em edificações não foram abordadas.

1.7 Estrutura do trabalho.

O presente trabalho está estruturado em cinco capítulos, sendo o primeiro dedicado à introdução, justificativa, aos objetivos, à questão de pesquisa, hipótese, delimitação da pesquisa e à sua estrutura.

A revisão bibliográfica, disposta no segundo capítulo, apresenta um breve estudo sobre os produtos formados no processo de hidratação do cimento e sobre o papel das parcelas de água e do agregado durante a elevação de temperatura. São estudadas ainda, as principais propriedades termofísicas das argamassas. Também foram elencadas as alterações ocorridas nos materiais submetidos às altas temperaturas em escala micro e macroestrutural.

No terceiro capítulo estão dispostos os materiais empregados e a metodologia adotada para o desenvolvimento das Campanhas Experimentais.

No quarto capítulo os resultados obtidos nos ensaios de laboratório são mostrados, assim como as respectivas análises e discussões, no que se refere às alterações ocorridas na microestrutura, às propriedades mecânicas residuais, à análise estatística, às correlações e comparações com outros trabalhos.

Por fim, no quinto capítulo, as conclusões do trabalho são apresentadas, relacionando-as com os objetivos propostos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentados alguns conceitos básicos sobre a hidratação da pasta de cimento e, de forma sucinta, da formação dos produtos dessa hidratação.

Também é realizado um levantamento bibliográfico a respeito de como essas fases se decompõem à medida que a temperatura se eleva e do reflexo dessa decomposição em escala macroestrutural.

Por fim, são elencadas as principais propriedades termofísicas de alguns minerais que podem ser incorporados aos materiais a base de cimento a fim de reduzir os efeitos nocivos da elevação de temperatura.

2.1 Microestrutura das argamassas em temperatura ambiente.

A compreensão das transformações ocorridas na macroestrutura das argamassas deve ser precedida do entendimento básico dos elementos que as compõem, suas propriedades e principalmente, da formação dos produtos da hidratação do cimento.

A diversidade de estruturas cristalinas dispersas na pasta de cimento hidratada confere às argamassas o desempenho requerido em temperatura ambiente e, por consequência, influenciam o seu comportamento frente às elevadas temperaturas.

As estruturas cristalinas presentes na pasta são produtos diretos das reações de hidratação ocorridas quando as partículas de cimento misturam-se à água. O cimento Portland é constituído por silicatos e aluminatos, sendo os quatro compostos considerados como os principais, o silicato dicálcico (C_2S), o silicato tricálcico (C_3S), o aluminato tricálcico (C_3A) e o ferro-aluminato tetra-cálcico (C_4AF) (NEVILLE, 2016).

Os aluminatos se hidratam muito mais rapidamente que os silicatos, sendo o enrijecimento (perda de consistência) e pega, resultados diretos das reações de hidratação dos aluminatos enquanto que os silicatos correspondem a 75% do cimento, influenciando nas propriedades no estado endurecido (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A quantidade de C_2S e C_3S em um cimento exerce um papel importante nas propriedades do silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e no hidróxido de cálcio (CH).

De acordo com Neville (2016), quando a hidratação acontece com quantidade limitada de água, como no caso dos concretos e argamassas, os silicatos sofrem hidrólise, produzindo um silicato de cálcio hidratado de menor basicidade, o $C_3S_2H_3$ (C-S-H), com liberação de cal na forma de $Ca(OH)_2$ (CH).

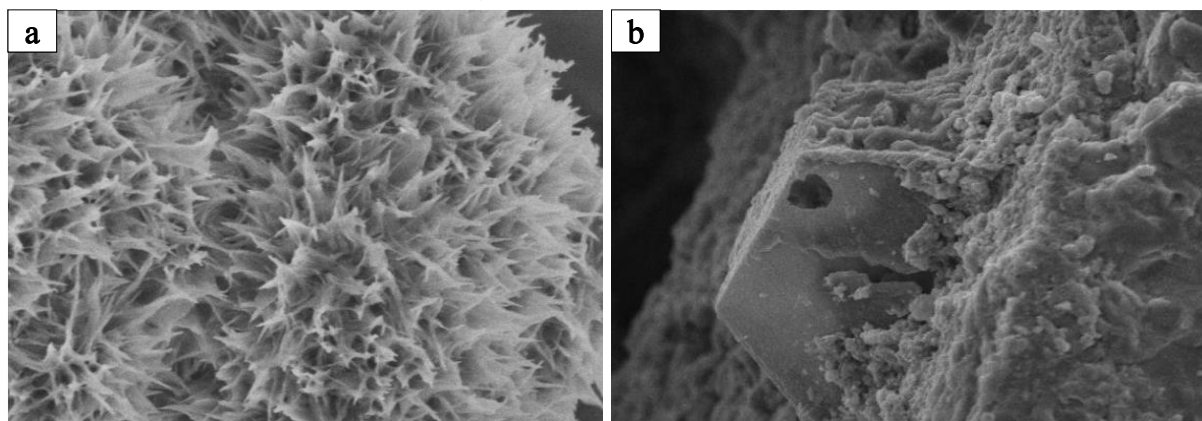
A cristalinidade e a morfologia desses cristais dependem do tempo de reação, da composição química do cimento, da presença ou ausência de adições, da temperatura de cura e da relação a/c (CINCOTTO, 2011; PAULON; KIRCHHEIN, 2011).

Segundo VU (2009), o C-S-H representa 50 a 60% do volume dos produtos de hidratação do cimento e durante esse processo uma parcela da cal do C-S-H é liberada na forma de hidróxido de cálcio (CH), constituindo de 20% a 25% do volume de sólidos da pasta hidratada.

A hidratação do C_3S produz 61% de $C_3S_2H_3$ e 39% de $Ca(OH)_2$ enquanto que a hidratação do C_2S resulta em 82% de $C_3S_2H_3$ e 18% de $Ca(OH)_2$ (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

As estruturas dos cristais de C-S-H e CH são visualizadas na Figura 2.1.

Figura 2.1. Morfologia dos cristais de (a) C-S-H e (b) CH.



Fonte: Adaptado de Duarte (2010).

A morfologia dos cristais de C-S-H mostrada em Figura 2.1(a) é caracterizada por imperfeições e irregularidades, o que dificulta sua identificação em temperatura ambiente.

Jennings (2008) em seus estudos definiu a estrutura do silicato de cálcio hidratado como fractal, com arranjos que se repetem em diferentes escalas. VU (2009) por sua vez, afirma que o C-S-H é um composto nanocristalino e com uma estrutura lamelar desordenada e um sistema de poros muito finos até 0,5 nm.

Além disso, a complexidade morfológica desta estrutura está relacionada a alguns fatores, como:

- o C-S-H apresenta uma organização estrutural multiescala em aglomerados de nanocristais empilhados em folhas formadas por uma dupla camada central de octaedros de CaO inserida entre duas camadas de tetraedros de SiO₄ (MINET, 2003).
- é um composto não estequiométrico. Em pastas endurecidas a relação Ca/Si do C-S-H é de 1,7 em média. Contudo, há variações pontuais de composição, que variam entre 0,6 e 2,3 (ZHANG et al., 2000).

Quanto à estrutura do CH, Figura 2.1(b), verifica-se que trata-se de um cristal hexagonal com uma morfologia bem definida.

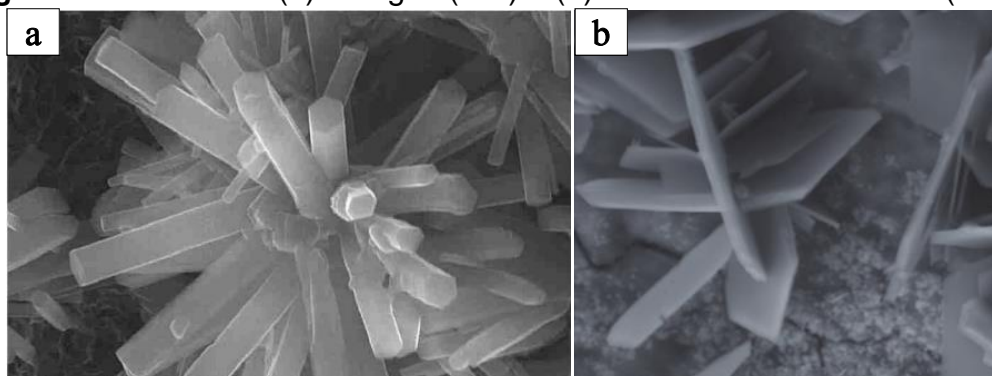
Os cristais euédricos de CH inicialmente são dispersos na pasta e na medida em que a hidratação avança, os principais depósitos de CH concentram-se próximos aos poros (AUTIER, 2013).

Quanto aos aluminatos, estes também se transformam, ao contato com a água, em fases hidratadas correspondentes de etringita (AFt) e monossulfato hidratado (AFm).

Dependendo da concentração de sulfato presente no cimento, a hidratação do C₄AF pode produzir tanto cristais de etringita em forma de fios ou agulhas, como monossulfato hidratado em folhas prismáticas agrupadas (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Os cristais de AFt e AFm estão apresentados na Figura 2.2

Figura 2.2. Cristal de (a) etringita (AFt) e (b) monossulfato hidratado (AFm).



Fonte: Duarte (2010); Kurdowski (2014).

Normalmente, a AFt é a primeira fase a se cristalizar por causa da alta relação sulfato/aluminato na fase aquosa durante a primeira hora da hidratação, contribuindo para o enrijecimento, a pega e o desenvolvimento da resistência inicial. Contudo, após alguns dias, dependendo da relação sulfato/aluminato do cimento, a AFt pode tornar-se instável, sendo convertida em AFm (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Em resumo, as características físicas e as propriedades mecânicas dos materiais a base de cimento são regidas por essas fases que são formadas durante o processo de hidratação. Portanto, as alterações morfológicas na microestrutura, causadas pela elevação de temperatura, podem contribuir para a alteração dos requisitos inicialmente requeridos de uma argamassa.

2.2 Degradação microestrutural associada às elevadas temperaturas

A deterioração da argamassa em escala microestrutural pode ser atribuída à evaporação das parcelas de água e às alterações morfológicas e decomposição dos produtos de hidratação, isto é, a AFt, AFm, CH e o C-S-H. Além disso, as alterações ocorridas nos agregados e a incompatibilidade térmica entre pasta e agregado também desempenham papel frente à elevação de temperatura.

Durante a elevação de temperatura as fases cristalinas formadas à temperatura ambiente passam por processos de desidratação, fratura e desintegração e, em alguns casos, estruturas secundárias podem surgir.

A intensidade de todas essas transformações depende da velocidade de aquecimento, da temperatura atingida, da duração da exposição à máxima temperatura e do regime de resfriamento empregado. Além disso, essas transformações também são influenciadas pelas características do cimento, pela

mineralogia dos agregados, pela porosidade e pela umidade do material (DJAKNOUN; OUEDRAOGO; BENYAHIA, 2012).

O primeiro efeito das temperaturas sobre argamassas acontece até 100 °C. Nesta faixa de temperatura a parcela de água livre, ou capilar, no interior do material evapora, resultando em uma diminuição da densidade de massa (KIM; YUN; PARK, 2013).

Próximo aos 110 °C, as pastas com proporção Ca/Si no C-S-H \cong 1,5 induzem a formação de novos cristais de silicato de cálcio hidratado, embora estes apresentem uma estrutura cristalina mais fragilizada (CASTELLOTE *et al.* 2004, apud LIMA, 2005).

Para temperaturas superiores a 150 °C, os cimentos com proporção Ca/Si \cong 1,0 produzem o gel de tobermorita ($C_5S_6H_5$) e próximo aos 200 °C, outros silicatos podem surgir, como a xenolita ($Al_{10}Si_8O_{31}$) e a helebrandita ($Ca_2SiO_3(OH)_2$) (CASTELLOTE *et al.*, apud LIMA, 2005).

Entre 200 °C e 300 °C a evaporação da parcela de água livre é completada sem que se observem alterações significativas na estrutura da pasta e sem redução considerável da resistência à compressão (CÁNOVAS, 1988).

Com relação à água presente nos materiais a base de cimento, esta pode apresentar-se sobre outras formas:

- água adsorvida: moléculas de água fisicamente adsorvidas por pontes de hidrogênio na superfície dos sólidos da pasta. A água adsorvida pode ser eliminada por secagem da pasta a 30% de umidade relativa e provoca essencialmente, a retração da pasta (MEHTA; MONTEIRO, 2014).
- água interlamelar: é a água presente entre as camadas do C-S-H que é eliminada apenas em ambientes com umidade relativa abaixo de 11% (MEHTA; MONTEIRO, 2014). À medida que a água interlamelar é eliminada, a distância entre as camadas do C-S-H diminui, resultando em um acréscimo nas forças de Van der Waals e contribuindo para um ligeiro ganho de resistência (RASHAD; ZEEDAN, 2012; NADEEM; MEMON; LO, 2013). Temperaturas próximas aos 300 °C induzem a perda de água interlamelar, acarretando em um aumento das resistências e no surgimento das primeiras fissuras (CÁNOVAS, 1988).
- água quimicamente combinada: é a parcela da água que integra a estrutura dos produtos de hidratação do cimento. Esta água é perdida somente quando

os cristais formados na hidratação do cimento são decompostos por aquecimento, não sendo liberada durante o processo de secagem (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A relação entre as elevadas temperaturas e eliminação das parcelas de água do concreto pode ser visualizada na Tabela 2.1.

Tabela 2.1. Eliminação das parcelas de água em altas temperaturas.

Temperatura (°C)	Transformações
20 - 80	Aceleração do processo de hidratação acompanhado de perda lenta de água capilar e redução das forças de coesão.
80	Início da perda da água capilar e quimicamente combinada.
100	Marco no aumento da permeabilidade a água.
200	Aumento na taxa de perda d'água capilar e fisicamente combinada.
374	Ponto crítico da água, acima do qual não existe água livre.
850	Perda total da água quimicamente combinada

Fonte: Adaptado de Lima (2005).

Ressalta-se ainda que o grau de hidratação e o teor de umidade influenciam no comportamento das argamassas que foram submetidas a elevadas temperaturas pois, durante a evaporação da água livre e da água adsorvida, a temperatura do material não aumenta até que toda a água tenha evaporado (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Enquanto houver moléculas de água no estado líquido e transferência de calor pelo material o processo de evaporação tem continuidade. Neste momento, qualquer perda de calor, por meio da emissão de gases, por exemplo, faz com que a água se condense novamente (LIMA, 2005).

Os efeitos do aumento da temperatura e eliminação das parcelas de água presentes nas argamassas são refletidos também nas fases cristalinas originadas da hidratação da pasta de cimento.

A desidratação dos cristais é iniciada acima de 100 °C, resultando em uma diminuição de tamanho das fases em comparação com os inicialmente formados à temperatura ambiente e, por consequência, ocorre o aumento da porosidade do material (HUONG LE, 2011).

Ainda próximo a temperatura, a decomposição da etringita tem início. Esta se torna instável a partir de 70 °C, mas dependendo do teor de sulfatos presente no cimento esta fase pode permanecer estável mesmo em temperaturas superiores (TAYLOR; FAMY; SCRIVENER, 2001; SKANTZ, 2014).

Depois de submetido às altas temperaturas, o sulfato proveniente da AFt decomposta é precipitado em regiões próximas aos poros sob a forma de monossulfato ou é armazenada na fase de C-S-H. (TAYLOR; FAMY; SCRIVENER, 2001).

A decomposição da AFt ainda contribui para a formação adicional de CH que é formado pela liberação de Ca^{2+} e a presença de água em estado de vapor liberado pelo aumento da temperatura (CASTELLOTE *et al.*, 2004).

A formação de cristais secundários pode acontecer ainda em temperaturas superiores enquanto houver água disponível no interior do material.

Acima de 250 °C o vapor produzido pela eliminação das parcelas de água livre, adsorvida e interlamelar ocasiona um aumento de pressão na pasta, dando início a uma condição de autoclavagem interna (EL-DIDAMONY; EL-RAHMAN; OSMAN, 2011).

Devido à resistência ao fluxo de gases e ao aumento da temperatura, o vapor confinado na pasta cria uma alta pressão interna, resultando na formação de produtos secundários e na hidratação de partículas de cimento inicialmente não hidratadas (SAVVA; MANITA; SIDERIS, 2005).

Piasta, Sawicz e Rudzinsk (1984) afirmam que o intervalo de temperatura entre 100 °C e 300 °C é o mais favorável à formação das condições de autoclavagem porque, nesta faixa de temperatura, o vapor é liberado de forma mais intensa.

Somente aos 450 °C a decomposição do hidróxido de cálcio é iniciada. De acordo com Gaweska (2005), os sinais dos efeitos das elevadas temperaturas sobre o CH surgem entre 450 °C e 550 °C. O primeiro desses efeitos é a decomposição do hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) em óxido de cálcio (CaO) e água. O segundo, observado próximo aos 650 °C, é a descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO_3), que se decompõe em CaO liberando calor e CO_2 .

O tamanho médio dos cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e de CaCO_3 é de 1 μm , enquanto o tamanho característico do CaO é de 0,001 μm (VYDRA *et al.*, 2001). Assim, a decomposição dessas fases em óxido de cálcio pode ser associada à incidência de fissuração.

O processo de decomposição do C-S-H em belita ($\beta\text{-C}_2\text{S}$), wollastonita (βCS) e água é finalizado entre 600 °C e 800 °C (HAGER, 2013).

O C-S-H representa a fase mais importante dos concretos e argamassas, sendo responsável pela maior parte das suas propriedades mecânicas em idades avançadas.

Além disso, por possuir morfologia predominantemente fibrilar, o C-S-H se desenvolve a partir da superfície dos grãos anidros nos poros da pasta, ocupando o espaço liberado pelos cristais de alita, misturando-se a outras fases e contribuindo para a diminuição do tamanho médio dos poros capilares (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Pode-se dizer que a decomposição desses cristais a partir de 600 °C caracteriza uma das etapas mais prejudiciais às propriedades mecânicas das argamassas frente às altas temperaturas.

Kim, Yun e Park (2013) ressaltam que a maioria dos processos de desidratação ocorre até 700 °C. As mudanças na pasta incluem principalmente o aumento de porosidade e a diminuição da densidade de massa, o que indica que o percentual de vazios é aumentado e a fissuração térmica, intensificada.

A partir dos 700 °C a desidratação é praticamente completa e as modificações das ligações químicas nos cristais iniciam aos 800 °C (HAGER, 2013).

Quando a temperatura alcança os 1000 °C a estrutura da pasta adquire aspecto de rocha fundida, contudo, somente a partir de 1050 °C são observadas mudanças significativas nos agregados (PAZDERA, 2017).

A temperatura de fusão dos agregados varia de acordo com a sua composição mineralógica. Enquanto a decomposição dos agregados siliciosos é iniciada a partir dos 573 °C, os agregados carbonáticos se tornam instáveis acima de 700 °C (LIMA, 2005).

A fusão das partículas de agregados, que se tornam mais planas, implica na suavização da sua superfície. (SWITZER; ZIHMS; TARANTINO, 2015). As mudanças ocorridas nas argamassas, tanto na pasta quanto nos agregados, têm importantes implicações na zona de transição (pasta-agregado), o que influencia o comportamento das argamassas em escala macroestrutural.

As transformações ocorridas nos concretos submetidos às elevadas temperaturas são resumidas na Tabela 2.2.

Tabela 2.2. Transformações sofridas por concretos em altas temperaturas.

Temperatura (°C)	Transformações
20 – 200	Decomposição da AFt entre 80 e 150 °C; Primeira fase de desidratação do C-S-H; Aumento da perda da água capilar e fisicamente combinada;
300 – 400	Fratura de algumas partículas de agregados siliciosos Temperatura crítica da água em 374 °C
400 – 500	Decomposição do hidróxido de cálcio a partir de 460 °C
500 – 600	Expansão dos agregados siliciosos aos 575 °C como resultado da inversão de quartzo α - β , enquanto que a pasta de cimento retrai;
600 – 800	Segunda fase da decomposição do C-S-H;
800 – 1000	Decomposição da dolomita em 840 °C; Descarbonatação entre 930 – 960 °C com liberação de dióxido de carbono Modificação das ligações químicas, com substituição da estrutura hidráulica por uma estrutura cerâmica;
1000 – 1200	Fusão do basalto com liberação de gases;
1300	Deterioração total do concreto.

Fonte: Adaptado de Hager (2013).

As mudanças ocorridas na microestrutura podem ser físicas e/ou químicas sendo ativadas principalmente pela eliminação das parcelas de água presentes no interior do material.

Ressalta-se ainda que as mudanças mais significativas nos produtos de hidratação ocorrem até a temperatura de 600 °C sendo os patamares superiores mais associados às alterações ocorridas nos agregados e na zona de transição.

A interface entre a pasta de cimento e os agregados geralmente é considerada como a fase limitante da resistência nos concretos e argamassas, devido ao volume de vazios e fissuras nessa região, influenciando não apenas a resistência como também o módulo de elasticidade (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Durante o aquecimento, a movimentação térmica diferenciada entre a pasta e o agregado (zona de transição) induz a fissuração, resultando em uma diminuição da resistência à compressão e, em função do aumento de vazios, do módulo de elasticidade.

Verifica-se, portanto, que as alterações ocorridas em escala microestrutural, são refletidas na macroestrutura das argamassas em alterações das suas características físicas e propriedades mecânicas.

2.2.1 Investigação microestrutural das argamassas em elevadas temperaturas.

A investigação das alterações que ocorrem na microestrutura dizem respeito principalmente à degradação dos produtos de hidratação da pasta (AFt, CH e C-S-H), do processo de fusão dos agregados e da variação das porosidades do material, uma vez que esses são afetados pela elevação de temperatura, podendo inclusive gerar novos produtos.

Entre as técnicas que podem ser aplicadas à investigação das alterações que ocorrem em escala microestrutural podem ser elencadas:

- Ensaio de microscópio de varredura eletrônica – MEV;
- Ensaio de análise termogravimétrica – TG/DTG;
- Ensaio de microtomografia computadorizada de Raios X– μ -CT.

2.2.1.1 Termogravimetria e termogravimetria derivada – TG/DTG.

O ensaio de TG/DTG consiste em aquecer uma amostra de argamassa até uma temperatura pré-determinada a uma taxa de aquecimento controlada. No decorrer desse processo, os fenômenos térmicos que acompanham o aquecimento da amostra são registrados, tais como liberação de calor (reação exotérmica) ou absorção de calor (reação endotérmica).

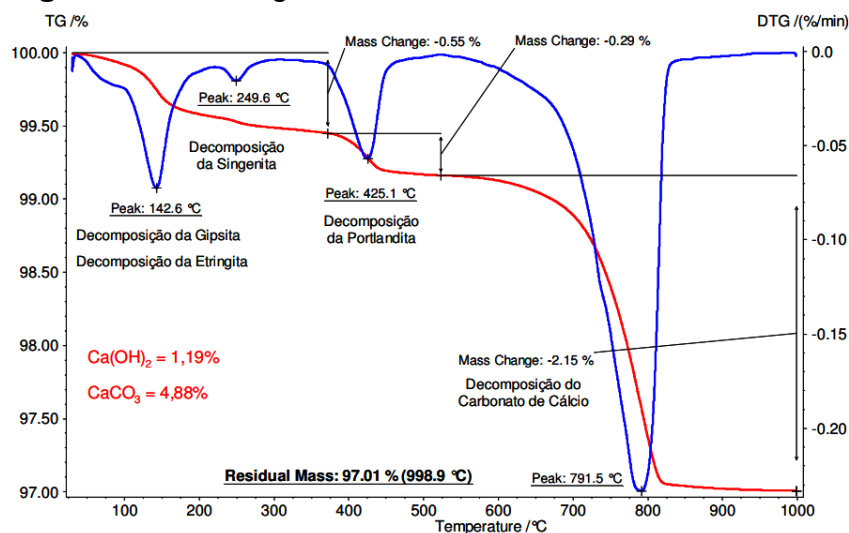
As principais verificações realizadas pela técnica de termogravimetria TG incluem: evaporação, sublimação, decomposição, oxidação, redução, adsorção e dessorção de gases.

Este ensaio resulta em duas curvas características. Na curva TG as perdas de massa do material são registradas, enquanto a curva derivada DTG fornece a primeira derivada da curva termogravimétrica, em função do tempo ou da temperatura. Portanto, uma mudança na inclinação da curva TG é refletida com um pico da DTG. Assim, a interpretação dos eventos relacionados com a desidratação e decomposição é facilitada (CAPONERO; TENÓRIO 2014).

A interpretação das curvas TG/DTG destaca as faixas de perda de massa ocorridas. Essas perdas de massa representam os processos de decomposição dos cristais que ocorrem durante o aquecimento.

Hoppe Filho (2008) destacou três faixas de perda de massa, ao ensaiar uma amostra de cimento Portland CPV-ARI anidro por meio de TG/DTG. O gráfico com os picos de perda de massa podem ser visualizados na Figura 2.3.

Figura 2.3. Termogravimetria do cimento CPV-ARI anidro.



Fonte: Hoppe Filho (2008).

Os intervalos de perda de massa registrados por Hoppe Filho (2008) relacionam-se, principalmente à:

- decomposição do AFt entre 30 °C e 370 °C;
- decomposição do CH entre 370 °C e 530 °C;
- descarbonatação entre 525 °C e 1000 °C.

2.2.1.2 Microtomografia computadorizada – μ -CT.

A microtomografia computadorizada de Raios X (μ -CT) é uma técnica não destrutiva baseada no mapeamento da atenuação sofrida pela radiação incidente em um material, possibilitando a obtenção de imagens do interior desse sólido (JUSSIANI, 2012).

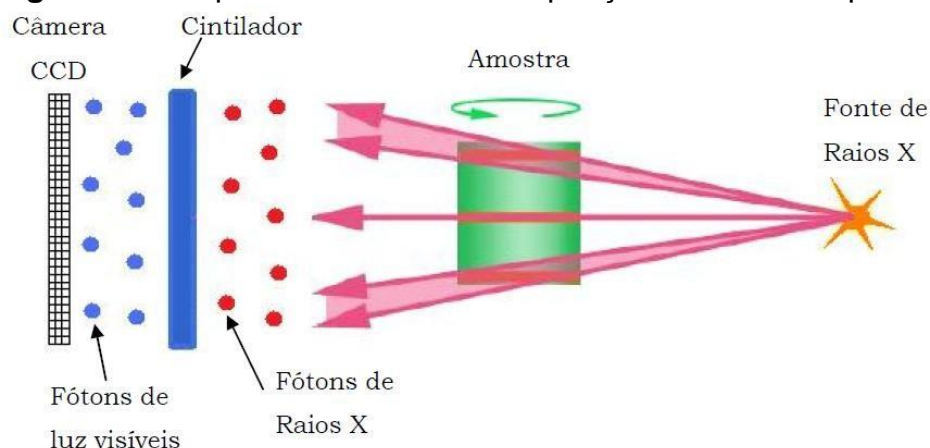
Assim, a técnica de μ -CT aplicada às argamassas possibilita obter informações sobre o percentual, o posicionamento e a forma bidimensional e tridimensional dos poros internos.

O ensaio de μ -CT consiste em um feixe de Raios X que incide sobre uma amostra, coletando-se, posteriormente, os valores de radiação absorvidos pelo

material. A amostra é rotacionada enquanto o feixe de Raios X incide sobre ela, gerando um conjunto de imagens bidimensionais chamadas de projeções (DOMINGUEZ *et al.*, 2017).

A representação da aquisição de dados do sistema pode ser visualizada na Figura 2.4.

Figura 2.4. Esquema do sistema de aquisição de dados da μ -CT.



Fonte: Fernandes (2009).

A aquisição dos dados da microtomografia é realizada por uma câmara CCD (*Charge Coupled Device*) que é constituída por um conjunto de sensores arranjados em linhas e colunas (JUSSIANI, 2012).

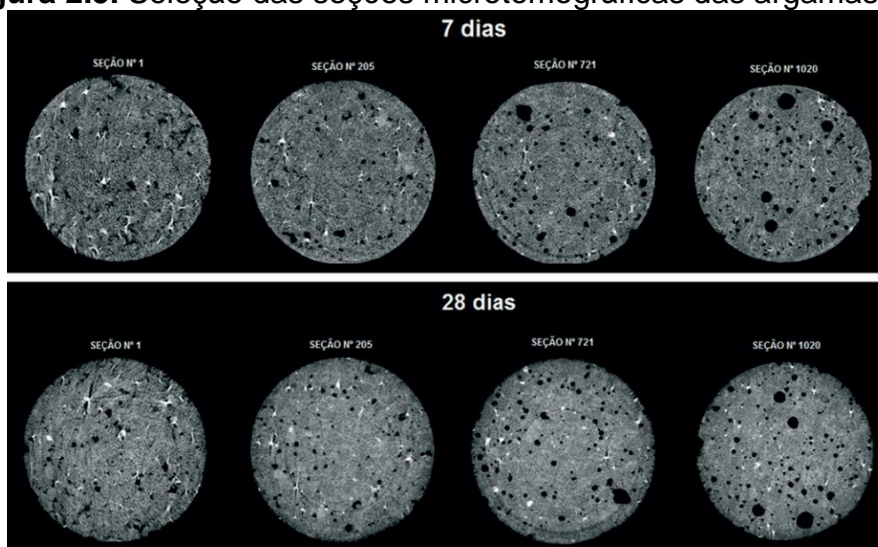
Como a câmara é sensível à luz, há a necessidade do uso de intensificadores de imagem (cintiladores). Os cintiladores convertem os Raios X em luz visível, que chegam aos sensores da câmara CCD, onde a luz é convertida em uma corrente de elétrons que é proporcional à intensidade da luz que incide no sensor. Em seguida, a corrente produz um sinal analógico que é convertido em um sinal digital e este é gravado no computador em valores de tons de cinza (JUSSIANI, 2012).

Os dados gerados são armazenados em computador e processados por um algoritmo de reconstrução que produzem imagens bidimensionais que representam as seções transversais do material ensaiado. Posteriormente, o empilhamento das seções gera uma figura tridimensional da estrutura interna da amostra (DOMINGUEZ *et al.*, 2017).

Bernardes *et al.* (2017) avaliaram a porosidade de argamassas, de (20x40) mm, pela técnica μ -CT a fim de obter uma melhor resolução espacial em

compósitos de cimento Portland. As seções microtomográficas obtidas pelos autores para amostras com 7 e 28 dias são expostas na Figura 2.5.

Figura 2.5. Seleção das seções microtomográficas das argamassas.



Fonte: Bernardes *et al.* (2017).

Deve-se pontuar, no entanto, que a técnica de μ -CT implica em uma redução da área de observação da amostra, ou seja, da seção transversal da amostra, descartando as bordas. Isto acontece porque os fótons de mais baixa energia que atingem a amostra são mais absorvidos nas bordas, funcionando como uma barreira. Como resultado, a imagem gerada possui extremidades mais claras, independente da homogeneidade (MOREIRA, 2013).

Como a delimitação da área de observação é modelada pelo operador, uma das limitações dessa técnica se deve ao fato de que a delimitação dessa área pode implicar no corte de alguns poros maiores e na não detecção de outros menores, mais próximos das bordas.

Além disso, as dimensões das amostras também influenciam a máxima resolução alcançada pelo equipamento.

Para Bernardes *et al.* (2017) as dimensões de 20 mm x 40 mm permitem a obtenção de uma resolução satisfatória no caso de argamassas.

2.3 Degradação macroestrutural associada às elevadas temperaturas

A ação das elevadas temperaturas em pastas, argamassas e concretos em escala macroestrutural está associada, principalmente, a três tipos de impacto, sendo:

- variação nos valores de resistência à compressão;
- variação do módulo de elasticidade;
- desintegração do material.

Outros efeitos como a mudança de coloração de pasta e agregados, fissuração superficial e outras alterações também podem ocorrer, contudo, estas não estão associadas a problemas de estabilidade do material (ROBERT; COLINA; DEBICKI, 2014).

Esquivel (2009) ressalta que também ocorrem algumas variações dimensionais das argamassas que foram expostas a elevadas temperaturas. Essas variações podem induzir tensões internas e produzir expansões diferenciais entre os componentes da argamassa, o que pode ser prejudicial para o material.

Para Lima (2005), pequenas variações de temperatura não costumam resultar em surgimento de tensões internas nos materiais cimentícios. No entanto, quando as temperaturas se elevam, podem surgir alterações nos coeficientes de dilatação térmica de seus constituintes e como resultado, tensões internas são induzidas, podendo provocar fissuras e deslocamentos.

Os fenômenos associados à degradação das argamassas e concretos em escala macroestrutural estão diretamente associados aos processos físicos e químicos que ocorrem durante o processo de aquecimento e resfriamento, sendo a origem dessas degradações, portanto, associadas não somente à constituição das argamassas, mas também às condições de exposição às temperaturas (envoltória) e, quando for o caso, ao valor de tensão aplicada ao material (ROBERT; COLINA; DEBICKI, 2014).

2.3.1 Variação nos valores de resistência à compressão

O efeito das altas temperaturas sobre as argamassas provoca uma variação nos valores de resistência à compressão que pode ser positiva ou negativa.

Alguns trabalhos relacionam a exposição às elevadas temperaturas aos valores de resistência à compressão de pastas, argamassas e concretos, registrando não apenas reduções, mas também acréscimos de resistência desses materiais conforme o aumento de temperatura.

O resumo desses trabalhos pode ser observado na Tabela 2.3.

Tabela 2.3. Resistência à compressão residual em função da temperatura.

Autores	Resistência Referência (MPa)	Percentual da resistência à compressão residual média das amostras expostas a determinada temperatura comparada à resistência das amostras de referência (%)							
		150 (°C)	200 (°C)	250 (°C)	300 (°C)	450 (°C)	600 (°C)	750 (°C)	900 (°C)
Schafer (2015)	4,6	122	124	-	136	-	98	-	18
Morsy <i>et al.</i> (2012)	25,0	128	140	144	136	124	84	56	40
Delhomme; Ambroise; Limam (2012)	36,5	99	-	-	94	-	55	35	8
Türker <i>et al.</i> (2016)	46,6	98	92	85	82	67	69	32	-
Yazici; Sezer; Sengul (2012)	55,2 54,2^(a)	82	-	-	79	70	47	31	-
		89	-	-	102	70	67	29	-
Cülfik e Ozturan (2002)	62,9 44,3^(b)	95	93	90	88	60	49	35	14
		100	100	100	100	65	44	35	16

^(a) Referência com sílica ativa em substituição parcial ao cimento.

^(b) Referência com pó de grafite em substituição parcial à parcela fina da areia.

Fonte: Adaptado pelo autor.

Em todos os trabalhos, as argamassas foram ensaiadas somente aos 28 dias de idade e resfriadas em regime escalonado. Verificou-se que, em alguns casos, as elevadas temperaturas contribuem positivamente na resistência à compressão dos materiais. As argamassas estudadas por Morsy *et al.* (2012) e Schafer (2015) por exemplo, apresentaram resistência à compressão residual de 144% e 136% quando submetidas às temperaturas de 250 °C e 300 °C respectivamente.

Observa-se ainda que as reduções dos valores de resistência à compressão de acordo com a elevação das temperaturas são mais intensas em argamassas que possuem resistência inicial elevada. Segundo Schafer (2015) esse

comportamento está relacionado à porosidade do material, assim, as argamassas menos porosas estão mais suscetíveis a maiores perdas.

Yazici, Sezer e Sengul (2012) verificaram que a resistência das argamassas com 55,2 MPa diminui com a elevação da temperatura e que, ao se incorporar 10% de sílica ativa em substituição ao cimento, embora a argamassa praticamente mantenha sua resistência em temperatura ambiente (54,2 MPa) o seu comportamento às temperaturas entre 150 °C e 600 °C é melhorado. Contudo, as amostras contendo esta adição apresentaram menores valores de resistência acima dos 600 °C quando comparada às demais.

Os autores relacionam a redução da resistência aos 750 °C à maior compacidade de argamassa com sílica ativa comparada a argamassa de referência. A redução do tamanho médio dos poros tem uma relação direta com o aumento de pressão interna do material aquecido, o que prejudica o comportamento da argamassa frente às elevadas temperaturas.

Cülfik e Özturan (2002) registraram quedas progressivas na resistência à compressão inicial de argamassas com 62,9 MPa. Os autores também investigaram a influência da substituição parcial da areia por pó de grafite no comportamento das argamassas submetidas às elevadas temperaturas.

Apesar das argamassas com 5% de pó de grafite apresentarem menor resistência em temperatura ambiente (44,3 MPa), até a temperatura de 300 °C não foram registrados decréscimos de resistência à compressão. Contudo, acima deste patamar, as duas amostras tiveram praticamente os mesmos valores de resistência mecânica residual.

O uso do grafite é justificado pelos autores por ser este um material que se assemelha a metais e cerâmicas em algumas de suas propriedades termofísicas. O baixo coeficiente de dilatação térmica combinado a uma condutividade térmica elevada confere ao grafite maior resistência às elevadas temperaturas.

2.3.2 Variação do módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade das argamassas é a propriedade que indica o seu grau de rigidez frente à determinada tensão incidente. O módulo de

elasticidade é comumente obtido pela relação entre tensão aplicada a um corpo de prova e a deformação produzida por tal tensão (ESQUÍVEL, 2009).

Assim como na resistência à compressão, o módulo de elasticidade das argamassas pode ser alterado pela elevação da temperatura.

Cülfik e Özturan (2002) notaram que o módulo de elasticidade estático diminuiu com o aumento de temperatura. Aos 300 °C tanto as argamassas contendo grafite quanto aquelas sem adição mantiveram aproximadamente 67% do módulo inicial.

Aos 900 °C, para ambas as argamassas, o módulo registrado foi insignificante, sendo a perda considerada total.

Na Tabela 2.4 os resultados obtidos em alguns trabalhos sobre a influência da elevação de temperaturas nos valores de módulo de elasticidade em argamassas podem ser observados.

Tabela 2.4. Módulo de elasticidade residual em função da temperatura.

Autores	Módulo de Elasticidade Estático Referência (GPa)	Percentual do módulo de elasticidade residual médio das amostras expostas a determinada temperatura comparada à resistência das amostras de referência (%)							
		150	200	250	300	450	600	750	900
		(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)
Schafer (2015)	10	120	110	100	93	89	80	13	8
Cülfik e Özturan (2002)	33,7	85	-	-	67	45	18	0	0
Özkan (2006)	36	94	89	87	85	78	72	26	-
Fu <i>et al.</i> (2004)	43	79	52	29	19	12	-	-	-

Fonte: Adaptado pelo autor.

Observa-se que, assim como na resistência à compressão residual, o aumento de temperatura acarreta uma variação nos valores de módulo de elasticidade que pode tanto ser positiva quanto negativa. Schafer (2015), por exemplo, registrou um acréscimo nos valores de módulo de elasticidade até 200 °C, sendo a redução do módulo constante a partir deste patamar.

Verifica-se ainda que, as variações dos valores de módulo de elasticidade em função do aumento de temperatura são mais proeminentes em argamassas com maiores valores iniciais de módulo de elasticidade e, de modo

geral, os menores valores de módulo de elasticidade residual estão relacionados a temperaturas superiores a 750 °C.

2.3.3 Mudança de coloração e textura

De acordo com Wendt (2006), a mudança de coloração que é observada em concretos que foram expostos a elevadas temperaturas persiste após o seu resfriamento. Tal situação pode também ocorrer com as argamassas.

Nesse sentido, a observância das alterações ocorridas em termos de coloração e textura nas argamassas constitui uma ferramenta importante na avaliação preliminar da extensão dos danos uma vez que essas alterações podem ser relacionadas às temperaturas máximas a que os materiais foram expostos.

As alterações da coloração observadas em pastas, argamassas e concretos são resultantes não apenas da desidratação gradual da pasta de cimento, mas também das transformações que ocorrem nos agregados. Assim, a intensidade das alterações nos materiais depende, necessariamente, do tipo de agregado utilizado em sua produção.

Cànovas (1988) sugere que as alterações de cor em concretos expostos às elevadas temperaturas são mais perceptíveis em matrizes que contenham agregados siliciosos.

A presença de elementos férricos nos agregados siliciosos, em especial a areia, faz com que haja alteração de cor amarela ou amarela-amarronzada para as cores rosa ou vermelha, a partir de 250 °C. O ferro hidratado oxida próximo aos 300 °C e essa oxidação é acompanhada da mudança na coloração do material (WENDT, 2006).

O ferro oxidado é liberado para pasta, assim, quando o agregado muda de cor, a pasta de cimento também muda (YUZER; AKOZ; OZTURK, 2004).

Na Tabela 2.5, adaptada de Bessey (1950) pode-se observar as transformações colorimétricas ocorridas nas argamassas com diferentes teores de ferro, relacionando-as às variações da resistência à compressão.

Tabela 2.5. Alterações colorimétricas de concretos em altas temperaturas.

Temperatura (°C)	Argamassa com baixo teor de ferro		Argamassa com alto teor de ferro	
	Aparência	Diminuição da resistência	Aparência	Diminuição da resistência
Temp. Ambiente	Cinza	-	Amarelado	-
200	Cinza escuro	Queda significativa	Amarelado	Pequena queda
250	Cinza escuro	Queda significativa	Amarelado	Pequena queda
300	Rosa claro	Queda significativa	Rosa	Pequena queda
400	Rosa menos intenso	Resistência desprezível	Rosa intenso	Resistência desprezível
600	Idêntico aos 400 °C	Resistência desprezível	Rosa intenso	Resistência desprezível
800	Escuro, mas não rosa	Resistência desprezível	Vermelho intenso	Resistência desprezível
900	Cinza claro	Resistência desprezível	Rosa	-
1000	Cinza esbranquiçado	Resistência desprezível	Rosa muito claro	-

Fonte: Adaptado de Bessey (1950).

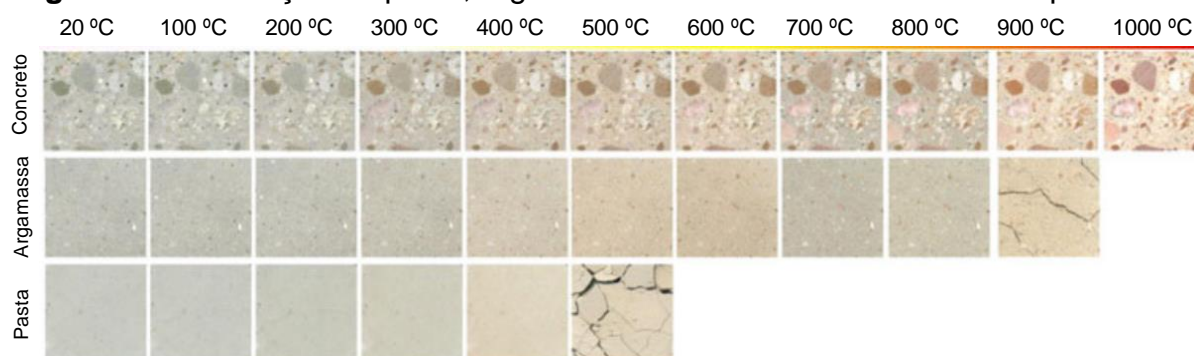
Bessey (1950) notou que as alterações de colorimetria nas argamassas são mais significativas ao se elevar o teor de ferro. Logo, a relação entre as alterações de cor e a diminuição da resistência à compressão das argamassas é mais perceptível quanto maior for o teor de minerais férricos presentes nos agregados siliciosos utilizados.

Contudo, enquanto os agregados siliciosos adquirem tons avermelhados quando aquecidos, os agregados contendo altos teores de cálcio ficam esbranquiçados. Isso ocorre devido ao processo de calcinação, isto é, a transformação do CaCO_3 em CaO (HAGER, 2013).

O processo de desbotamento sofrido por agregados com alto teor de cálcio pode ser aplicado às pastas de cimento, cujos teores de álcalis são elevados.

Os efeitos da exposição às elevadas temperaturas sobre a colorimetria de concretos, argamassas e pastas convencionais são apresentados na Figura 2.6.

Figura 2.6. Coloração da pasta, argamassa e concreto em elevadas temperaturas.



Fonte: Adaptado de Hager (2012).

É possível notar na Figura 2.6, que a fissuração nas pastas e nas argamassas ocorreu em 500 °C e 900 °C respectivamente, e que a partir dessas temperaturas nenhuma alteração de cor foi observada nestes materiais.

Verifica-se ainda a tendência dos concretos contendo agregados siliciosos de adquirir tons avermelhados próximo a 300 °C e de empalidecimento da pasta que adquire tom cinza-esbranquiçado entre 600 e 900 °C (HAGER, 2012).

Cabe pontuar que a mudança da coloração de uma argamassa pode ser usada para revelar a faixa de temperatura atingida pelo material, a partir da qual o dano correspondente pode ser estimado.

Em resumo, pode-se dizer que a intensidade das alterações de cor e textura das argamassas depende dos teores de ferro e de cálcio dos seus constituintes, da quantidade de água disponível no interior do material, da desidratação das fases cristalinas, além das condições de produção e da temperatura máxima atingida.

2.4 Propriedades termofísicas da argamassa

A temperatura em um material geralmente é determinada por um gradiente térmico, isso se dá por uma diferença entre as temperaturas máxima e mínima ao qual o material está sujeito e no qual o calor é trocado entre o interior e a superfície. Este gradiente térmico é o principal agente responsável pelos processos de transferência de calor nos sólidos (PICOLLOTO, 2016).

Além de realizar troca de fluidos com a envoltória, a argamassa também armazena e transfere calor. A capacidade que os sólidos possuem de

conservar e transferir calor é estabelecida por suas propriedades termofísicas (PICOLLOTO, 2016).

O estudo das propriedades termofísicas dos materiais a base de cimento é importante para o entendimento de como se desenvolvem os processos de formação de gradientes térmicos, deformações térmicas, desprendimento, dilatação térmica diferenciada e fissuração (COELHO, 2016).

As principais propriedades termofísicas dos sólidos são:

- condutividade térmica;
- difusividade térmica;
- calor específico.

2.4.1 Condutividade térmica (k)

Definida como a capacidade de condução de calor dos materiais, a condutividade pode ser dada como a relação entre fluxo de calor e o gradiente térmico.

A condutividade térmica de um material é dada pela transferência de energia térmica entre átomos e/ou moléculas vizinhas em razão de um gradiente térmico, ou seja, é um fenômeno causado pela diferença de temperatura entre duas regiões de um mesmo meio, ou entre dois meios em contato, sendo que a condução ocorre a partir da região de maior temperatura para a região de menor temperatura (THOMAZONI; TORRES; SANTOS, 2010).

Segundo Mehta e Monteiro (2014), a condutividade térmica fornece o fluxo de calor transmitido através de uma unidade de área do material sob uma unidade de gradiente de temperatura unitária, sendo esta propriedade influenciada pelo teor de umidade do material, densidade, temperatura e pelas características mineralógicas dos agregados utilizados.

A principal condição que opera sobre a condutividade térmica dos concretos é o grau de saturação. Assim, a condutividade térmica varia linearmente de acordo com o teor de água presente no material, devido ao fato de que a condutividade do ar é significativamente menor do que a condutividade térmica da água (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A condutividade térmica do ar é até 23 vezes menor do que a condutividade da água e muito menor do que a condutividade térmica dos minerais

(PICOLLOTO, 2016). Por consequência, a transferência de calor em argamassas não saturadas ocorre principalmente por mecanismo de condução por meio da fração sólida e da água, e mais lentamente, por convecção que transporta o vapor de água no ar confinado nos poros.

Nos materiais cimentícios, a condutividade térmica geralmente se eleva entre 80 °C e 100 °C e diminui substancialmente próximo aos 180°C. Por fim, diminui de modo regular acima desta temperatura (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Por outro lado, a condutividade da água é menor que a condutividade térmica da pasta de cimento hidratada (NEVILLE, 2016). Assim, quanto menor for o teor de água na mistura, maior será a condutividade da argamassa. Alguns valores médios de condutividade térmica para concretos com diferentes agregados podem ser verificados na Tabela 2.6.

Tabela 2.6. Condutividade térmica para concretos com diferentes agregados.

Tipo de agregado	Condutividade térmica (W/m.K)
Quartzito	3,5
Dolomito	3,2
Calcário	2,6-3,3
Granito	2,6-2,7
Riolito	2,2
Basalto	1,9-2,2

Fonte: Adaptado de Mehta; Monteiro (2014).

Pode-se dizer que a condutividade térmica das argamassas também pode ser avaliada indiretamente, por meio da composição mineralógica dos seus agregados. Além disso, deve-se ressaltar que o volume do agregado também influi diretamente nos valores de condutividade dos concretos.

A NBR 15220:2003 apresenta valores indicativos para condutividade térmica dos materiais da construção civil, sendo a condutividade das argamassas comuns registrada em 1,15 W/m.K e 1,60 W/m.K para o basalto.

Os valores de condutividade são delimitados pela microestrutura do agregado. Os agregados de estrutura cristalina, agregados quartzosos, com poros interconectados, conduzem calor com maior facilidade (AKATSU & SATO, 1988).

Concretos com menores valores de condutividade térmica dissipam o calor gerado no interior do material com maior dificuldade (COELHO *et al.*, 2014).

2.4.2 Difusividade térmica(δ)

A NBR 12818:2012 define a difusividade térmica como a propriedade que expressa a capacidade de difusão de calor em todas as direções e indica a facilidade com que o concreto tolera variações de temperatura.

Portanto, a difusividade térmica pode ser entendida como a maior ou menor velocidade com a qual o calor se propaga em um material em relação à sua capacidade de armazená-lo.

Assim como na condutividade, o teor de umidade influi de modo significativo na difusividade térmica das argamassas (COELHO *et al.*, 2014). Logo, há necessidade de controle do teor inicial de umidade da mistura e da exposição à secagem.

A difusividade térmica pode ainda ser entendida como a relação entre a condutividade térmica de um material e o produto da sua densidade pela capacidade térmica unitária (calor específico), produto denominado como capacidade térmica volumétrica (INCROPERA; DEWITT, 1999), sendo calculada conforme a Equação 2.1.

Equação 2.1. Difusividade térmica.

$$\delta = \frac{k}{c \cdot \rho}$$

Onde:

k = condutividade térmica;

c = calor específico;

ρ = massa específica do concreto.

De acordo com Mehta e Monteiro (2014) quanto maior a difusividade térmica, maior será a facilidade de propagação do calor pelo material. Assim como, materiais com baixa difusividade tendem a retardar a propagação de calor, demandando maior tempo até que se atinja a condição de equilíbrio térmico (ESQUÍVEL, 2009).

Os valores médios de difusividade térmica de concretos com diferentes agregados podem ser visualizados na Tabela 2.7.

Tabela 2.7. Difusividade térmica para concretos com diferentes agregados.

Tipo de agregado	Difusividade térmica (m²/h)
Quartzito	0,0054
Dolomito	0,0047
Calcário	0,0046
Granito	0,0040
Riolito	0,0033
Basalto	0,0030

Fonte: Adaptado de Mehta; Monteiro (2014).

A condutividade e a difusividade térmica dos materiais também são afetadas pelo aumento de temperatura. Geralmente essas propriedades tendem diminuir com a elevação de temperatura.

Shin *et al.* (2002), ao avaliarem o comportamento térmico de um concreto frente às elevadas temperaturas, registraram uma queda progressiva da condutividade e difusividade térmica, como verificado na Tabela 2.8.

Tabela 2.8. Variação da condutividade e da difusividade térmica em função do aumento de temperatura.

Temperatura (°C)	Condutividade térmica (W/m.K⁻¹)	Difusividade térmica (10⁻⁶.m²/s⁻¹)
20	2,20	0,88
500	1,30	0,45
700	1,15	0,40
900	1,03	0,42
1100	-	-

Fonte: Adaptado de (SHIN *et al.*, 2002)

Percebe-se que, assim como as propriedades mecânicas, as propriedades termofísicas de um material são influenciadas pela temperatura. Se, o material se torna instável, ou seja, sofre uma reação que pode ser de desidratação, decomposição ou fusão, a distribuição e velocidade de propagação de calor também são alteradas.

2.4.3 Calor específico (c)

O calor específico é entendido como a quantidade de calor necessária para se elevar em um grau a temperatura de uma unidade de massa do

material considerado, sendo um parâmetro que expressa a capacidade que os materiais possuem de armazenar calor (MEHTA; MONTEIRO, 2014; COELHO *et al.*, 2014).

De acordo com Neville (2016) o calor específico representa a capacidade térmica do concreto, sendo pouco afetado pelas características mineralógicas dos agregados, mas se elevando com o aumento do teor de umidade, da temperatura e com a diminuição da massa específica.

Furnas (1997) sugere que o calor específico aumenta com a elevação temperatura, com a diminuição da massa específica e com o acréscimo do teor de umidade, atingindo um valor máximo em condição de saturação.

Segundo Bauer (1995), o calor específico no concreto varia de acordo com a temperatura e o teor de água em valores contidos no intervalo de 0,20 a 0,25 kcal/kg °C. Para Faria (2004) os valores típicos de calor específico nos concretos normais estão compreendidos entre 0,20 e 0,30 kcal/kg °C. Conforme registrado na NBR 15220:2003, o calor específico das argamassas comuns é de 0,24 kcal/kg °C.

Em resumo, a condutividade, a difusividade e o calor específico permitem que o calor seja transferido e armazenado com maior ou menor velocidade durante o aquecimento. A superposição dessas propriedades pode reduzir significativamente os efeitos negativos das elevadas temperaturas sobre as argamassas.

A adição de minerais com baixa condutividade e difusividade térmica e com elevado calor específico, como o basalto, pode, na teoria, funcionar como uma oposição à transferência de calor, uma vez que são necessárias maiores quantidades de energia térmica para que a temperatura se eleve e seja difundida no interior do material.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

No presente capítulo, são apresentados os materiais e os métodos utilizados durante o desenvolvimento do trabalho para o alcance dos objetivos. Para tanto, os materiais constituintes das argamassas foram caracterizados e os ensaios para a investigação micro e macroestrutural foram realizados.

O trabalho consistiu, inicialmente, em verificar as alterações ocorridas em duas argamassas com diferentes relações a/c que foram submetidas a elevadas temperaturas e diferentes regimes de resfriamentos.

Em um segundo momento, para calibrar a temperatura no interior do material durante o ensaio de aquecimento, termopares do tipo K foram inseridos nas argamassas em estado fresco e, uma vez que a idade de ensaio foi alcançada, os termopares permitiram registrar as temperaturas no interior das amostras ao serem submetidas às elevadas temperaturas.

A última etapa constou de uma avaliação micro e macroestrutural de uma das argamassas selecionadas na primeira etapa além de uma argamassa com adição de pó de basalto. As duas argamassas foram expostas às elevadas temperaturas e aos regimes de resfriamentos que foram fixados na primeira etapa.

3.1 Estratégia de Pesquisa

A estratégia de pesquisa dividiu-se em três campanhas experimentais, de modo, a avaliar as transformações ocorridas nas escalas micro e macroestrutural de argamassas em decorrência da elevação de temperatura e regime de resfriamento.

Na primeira Campanha Experimental, as argamassas foram produzida e uma vez alcançada a idade de ensaio, as amostras foram mantidas em dessecador de vidro com sílica em gel até que os valores de massa se estabilizassem. Essa medida teve como finalidade reduzir a umidade no interior das amostras.

Um procedimento de aquecimento/resfriamento foi executado em mufla para que fossem conhecidas as alterações ocorridas. A partir disso, verificou-se a necessidade de desenvolver um procedimento de aquecimento que calibrasse o atendimento das temperaturas de ensaio pré-fixadas no interior das amostras.

Na Campanha Experimental II, termopares do tipo K foram introduzidos nas argamassas, em estado fresco, para posterior ensaio em mufla. Os

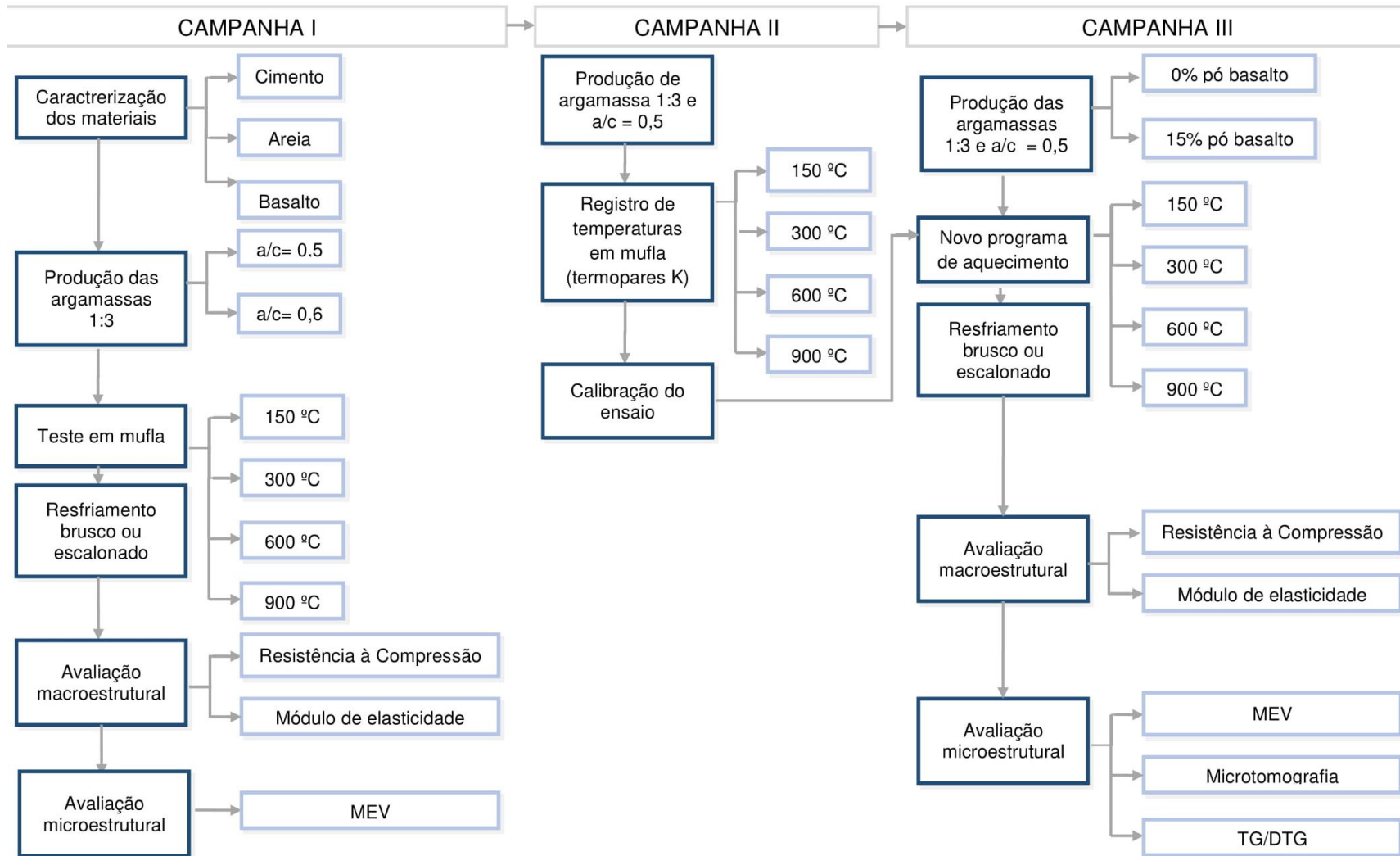
termopares foram acoplados em um dispositivo DataLogger, que registrou ,simultaneamente, a evolução da temperatura no interior da mufla e das argamassas. O ensaio seguiu os mesmos procedimentos adotados na Campanha Experimental I, alterando-se apenas o tempo de duração sendo este estendido até que a temperatura no interior das amostras atingisse a mesma temperatura registrada no interior da mufla.

Posteriormente na Campanha Experimental III, com o intuito de entender como as das argamassas foram afetadas pelas temperaturas inicialmente fixadas nas escalas micro e macroestrutural, a primeira Campanha Experimental I foi repetida alterando-se a duração do ensaio para o tempo que foi calibrado na Campanha Experimental II.

Uma vez que foi definido o traço mais sensível à ação das elevadas temperaturas entre as argamassas avaliadas na Campanha Experimental I, esta foi reproduzida e novamente ensaiada. Adicionalmente, finos de basalto foram incorporados às argamassas em substituição parcial aos materiais secos. Os dois materiais, com e sem basalto, foram produzidos e ensaiados a fim de avaliar a eficiência desta adição, como agente de proteção passiva.

A estratégia da pesquisa das Campanhas Experimentais está apresentada na Figura 3.1.

Figura 3.1. Estratégia da pesquisa.



Fonte: O próprio Autor.

3.2 Materiais

Os materiais necessários para confecção das argamassas são listados a seguir:

- cimento Portland CP V-ARI;
- finos de basalto;
- areia média quartzosa;
- água potável.

3.2.1 Aglomerante

A escolha do cimento Portland CP V-ARI se deve ao fato deste ser um cimento sem adições e à sua resistência às primeiras idades. Na Tabela 3.1 as características físicas e mecânicas do CP V-ARI fornecidas pelo fabricante são apresentadas.

Tabela 3.1. Características do cimento Portland CP V-ARI.

Valores	Resistência à compressão (MPa)				Blaine (cm ³ /g)	Perda ao fogo (NBR 5743:1989)	Início de pega (min)	fim de pega (min)
	24 h	3 dias	7 dias	28 dias				
NBR 5733 (1991)	≥14	≥24	≥34	-	≥3000	≤4,5	≥60	≤600
CPV-ARI	27	37	42	48	5330	≤4,5	160	265

Fonte: O fabricante.

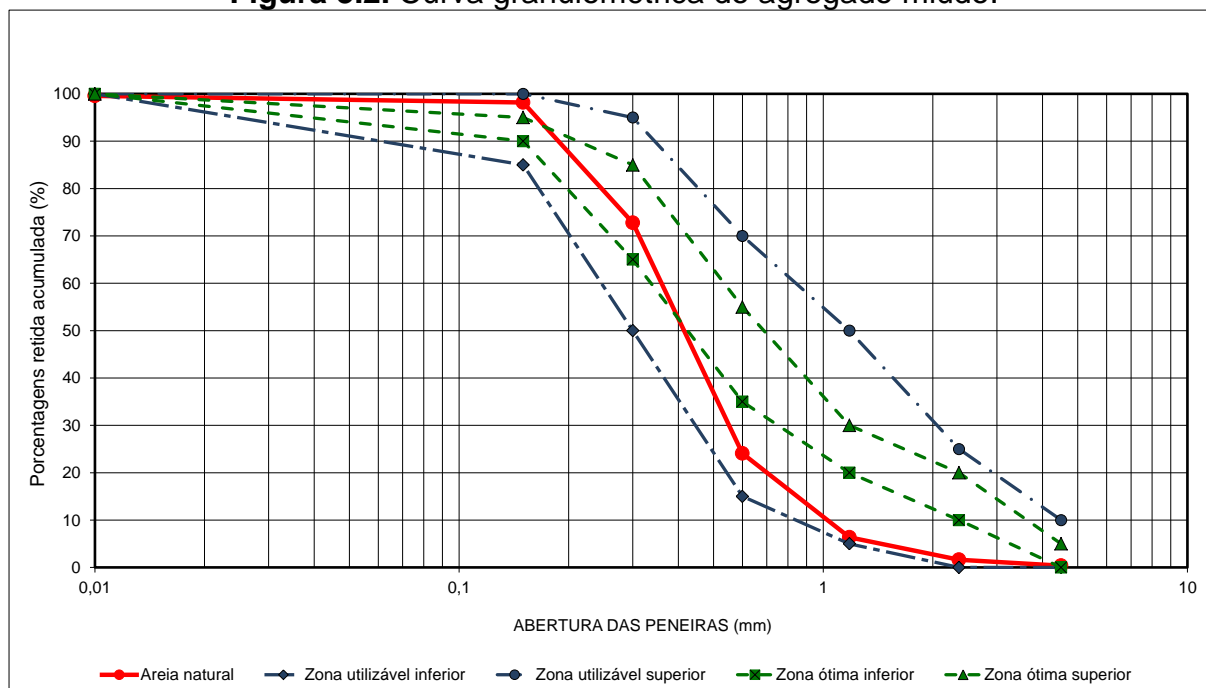
3.2.2 Agregado

Como agregado miúdo utilizou-se areia média quartzosa de rio, proveniente do Rio Paraná. As características granulométricas da areia, suas propriedades físicas e respectivas normas de ensaio estão na Tabela 3.2. Na Figura 3.2 encontra-se a curva granulométrica da areia utilizada, em comparação com os limites de utilização estabelecidos pela NBR 7211:2009.

Tabela 3.2. Caracterização do agregado miúdo.

Peneiras (mm)	Massa (g)	Porcentagem (%)	
		Retida Individual	Retida Acumulada
4,5	1,96	0,39	0
2,36	6,15	1,23	2
1,18	23,85	4,76	6
0,6	88,59	17,69	24
0,3	243,92	48,71	73
0,15	127,25	25,41	98
Fundo	6,81	1,36	100
Total	498,53	99,56	-
Dimensão máxima		2,36 mm	NBR NM 248:2003
Módulo de finura		2,03	NBR NM 248:2003
Massa específica		2,65 g/cm ³	NBR NM 52:2009
Massa unitária em estado solto		1,57 g/cm ³	NBR NM 45:2006

Fonte: O próprio Autor.

Figura 3.2. Curva granulométrica do agregado miúdo.

Fonte: O próprio Autor.

3.2.3 Finos de basalto

Os finos de basalto foram obtidos da Pedreira Guaravera, localizada no município de Guaravera-PR, em amostras coletadas no topo do monte, após remoção da camada superficial de pó.

A caracterização do material coletado e a referência das normas utilizadas podem ser vistas na Tabela 3.3.

Tabela 3.3. Caracterização do Pó de Basalto.

Propriedade	Dado	Norma
Dimensão máxima	1,2 mm	NBR NM 248:2003
Massa unitária	1,33 g/cm ³	NBR NM 45:2006
Massa específica	2,89 g/cm ³	NBR NM 52:2009

Fonte: O próprio Autor.

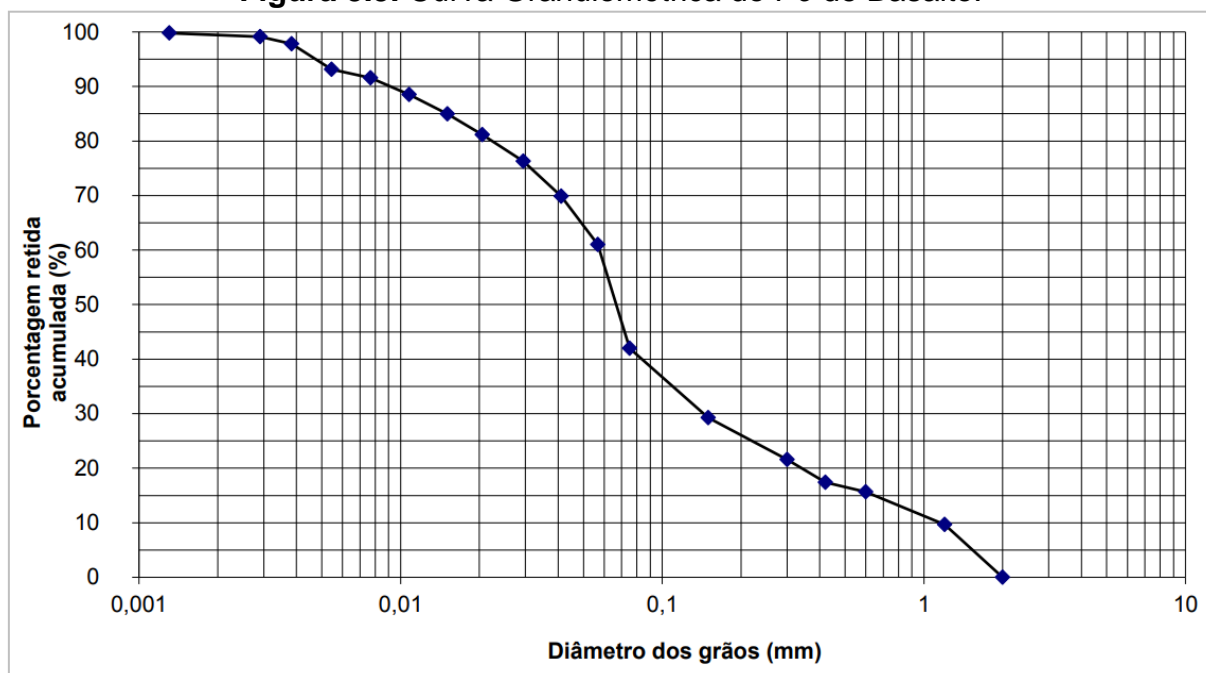
Na caracterização do pó de basalto, constatou-se que este possui mais de 50% de finos passantes na peneira 75 µm. Para melhor distinção de suas faixas granulométricas, optou-se pela realização de um ensaio granulométrico por sedimentação, seguindo as recomendações da NBR 7181:2016.

Para o ensaio de sedimentação, 70 gramas do pó foram misturados com 100 ml de defloculante, hexametáfosfato de sódio, a fim de neutralizar as cargas estáticas das partículas, o que permite que estas sedimentem individualmente. Esta mistura permaneceu em repouso por 12 horas.

Terminado este período, a amostra foi diluída em água e inserida em uma proveta graduada, onde foram efetuadas análises utilizando um densímetro e um termômetro, durante 24 horas.

Em seguida, a amostra foi peneirada na peneira com abertura de 75 µm. A fração retida na peneira foi seca em estufa por 24 horas na temperatura de $105 \pm 1^\circ\text{C}$ sendo posteriormente, realizado o ensaio de peneiramento para obtenção de sua granulometria.

Desta forma, as frações maiores que 75 µm foram determinadas por peneiramento e as menores, por da sedimentação. A curva granulométrica obtida para o fino de basalto encontra-se na Figura 3.3.

Figura 3.3. Curva Granulométrica do Pó de Basalto.

Fonte: O próprio Autor.

3.3 Métodos

Para esta etapa, o trabalho dividiu-se em: produção e ensaio das amostras frente às elevadas temperaturas e dois regimes de resfriamento distintos além da avaliação, em escala microestrutural, para a detecção da presença ou ausência das fases cristalinas, para verificação as alterações de porosidade e dos picos de perda de massa e, em escala macroestrutural, para a avaliação das propriedades mecânicas residuais.

3.3.1 Produção das argamassas

O traço das argamassas foi fixado em 1:3 em massa, sendo produzidas argamassas com mesmo consumo de materiais secos e relações a/c de 0,5 e 0,6. A mistura seguiu as recomendações da NBR 5738:2015 e a moldagem se deu em corpos de prova de dimensões (50x100) mm e (20x40) mm.

O consumo dos materiais é apresentado na Tabela 3.4 e considerou uma perda de 10% de material.

Tabela 3.4. Consumo de materiais.

Componente	Consumo/m ³		
	a/c:0,5 com basalto	a/c:0,5 sem basalto	a/c:0,6
Cimento CPV-ARI (kg)	420	466	466
Areia (kg)	1375	1398	1398
Água (L)	233	233	280
Pó de basalto (kg)	70	-	-

Fonte: O próprio Autor.

O teor de adição foi fixado em 15% em substituição parcial aos materiais secos (cimento e areia). Este valor foi obtido do trabalho de conclusão de curso do graduado Osvaldo Schiavon, do curso de Engenharia civil da Universidade Estadual de Londrina.

3.3.1.1 Cura das amostras

As argamassas foram desmoldadas após de 24 horas e mantidas submersas em água saturada com cal até os 7 dias de idade. Após esse período, as amostras permaneceram ao ar livre por mais 03 dias.

Posteriormente as amostras foram mantidas em dessecador de vidro até que a estabilização da massa, conforme verificado na Figura 3.4. Este procedimento foi adotado, pois a presença de água poderia alterar os resultados.

Figura 3.4. Estabilização da massa das amostras em dessecador de vidro.



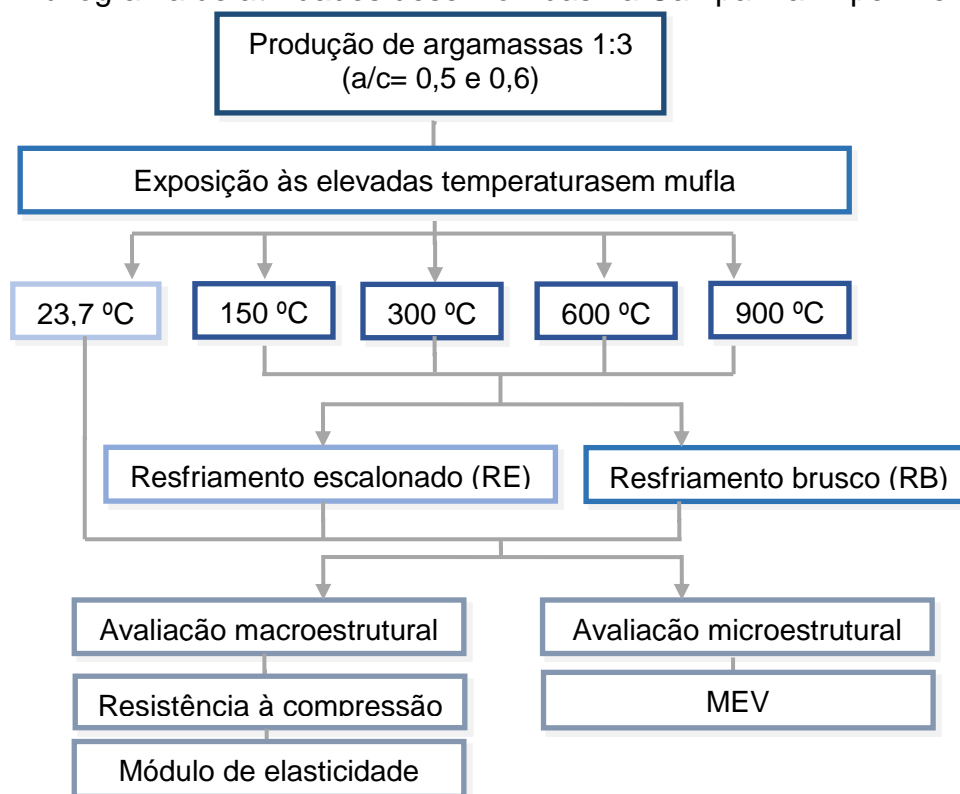
Fonte: O próprio Autor.

Além disso, partículas de sílica em gel foram depositadas no fundo do dessecador a fim de acelerar o processo de eliminação de água das amostras, sendo estes sais substituídos diariamente até que a estabilização de massa fosse alcançada. Terminado este período, as argamassas foram envoltas em plástico PVC até completarem 28 dias de idade, quando então foram ensaiadas.

3.3.2 Campanha Experimental I

A Campanha Experimental I teve o objetivo de verificar as alterações ocorridas nas argamassas em escala micro e macroestrutural depois de terem sido submetidas a elevadas temperaturas e dois regimes de resfriamento. O fluxograma das atividades desenvolvidas é exposto na Figura 3.5.

Figura 3.5. Fluxograma de atividades desenvolvidas na Campanha Experimental I.



Fonte: O próprio Autor.

As temperaturas para o ensaio de aquecimento foram 23,7 °C (fixada como temperatura ambiente), 150 °C, 300 °C, 600 °C e 900 °C. Estas temperaturas foram escolhidas baseando-se no trabalho realizado por Cülfik e Ozturan (2002), sendo que a temperatura do laboratório também foi controlada.

Além disso, a taxa de elevação de temperatura adotada para os patamares pré-fixados foi de 9°C/min, conforme ASTM E119 (2000). Embora a norma indique que o acréscimo de temperatura até 120 minutos de exposição seja equivalente a uma taxa média de 8,4 °C/min, neste programa experimental não foi possível adotar esta taxa devido às condições limitantes do equipamento disponível.

Ao total foram moldados 72 corpos de prova de (50x100) mm. As argamassas foram ensaiadas aos 28 dias em escala microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV), cujo objetivo foi verificar a presença ou ausência dos produtos de hidratação nas amostras para cada patamar de temperatura a fim de correlacioná-los às alterações ocorridas nas propriedades mecânicas.

Em escala macroestrutural as argamassas foram ensaiadas por ultrassom e pelo ensaio de compressão axial para verificação dos valores residuais de módulo de elasticidade dinâmico e resistência à compressão.

3.3.2.1 Ensaio preliminar de aquecimento e resfriamento

O equipamento utilizado foi uma mufla elétrica com capacidade de até 1200 °C, como mostrado na Figura 3.6.

Figura 3.6. Mufla elétrica utilizada nos ensaios de aquecimento.

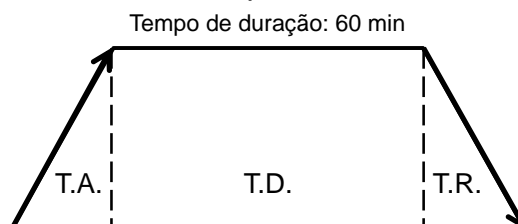


Fonte: O próprio Autor.

Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de aquecimento a uma taxa de elevação de temperatura (9°C/min) e uma vez que as temperaturas de ensaio (150 °C, 300 °C, 600 °C e 900 °C) foram atingidas no interior da mufla, as amostras permaneceram nesta condição por um período adicional de 60 minutos.

As argamassas foram separadas em lotes de oito corpos de prova e aquecidas em cada um dos patamares de temperatura estabelecidos anteriormente, sendo metade do lote resfriado no interior da mufla por um período de 24 horas (resfriamento escalonado - RE) e a outra metade por submersão em água corrente durante 60 minutos (resfriamento brusco - RB), conforme a Figura 3.7.

Figura 3.7. Esquema do ensaio de aquecimento/resfriamento das argamassas.



Fonte: O próprio Autor.

Onde:

T.A. = taxa de aquecimento (9 °C/min);

T.D. = tempo com a mufla na temperatura de ensaio (60 min);

T.R. = tempo de resfriamento, sendo 60 minutos para o regime de resfriamento brusco e 24 horas para o resfriamento escalonado.

Para cada patamar de temperatura, os tempos para retirada das amostras foram calculados conforme observado na Tabela 3.5.

Tabela 3.5. Procedimento de aquecimento das amostras.

Programa (°C)	Taxa de Aquecimento (°C/min)	Temperatura do interior damufla (°C)	Tempo para atingir a temperatura (h:min)	Tempo para retirada (h:min)
150	9	153	00:17	01:17
300	9	306	00:34	01:34
600	9	603	01:07	02:07
900	9	900	01:40	02:40

Fonte: O próprio Autor.

As argamassas foram nomeadas em função da relação a/c e modo de resfriamento da seguinte forma:

R.a/c_Resfriamento

Onde:

Ra/c: água cimento (a/c = 0,5 ou a/c = 0,6);

Resfriamento: “B” para resfriamento brusco e “E” para resfriamento escalonado.

Exemplo:

R05_B (Argamassa com $a/c = 0,5$ e regime de resfriamento brusco).

Ressalta-se ainda que durante todo o ensaio a temperatura do laboratório foi controlada, isto é, mantida em $23,7\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

3.3.3 Campanha Experimental II

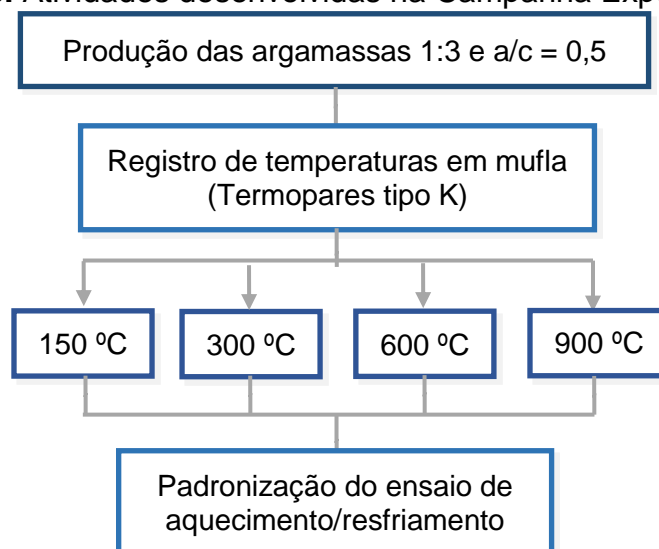
Uma vez que uma diferença nas propriedades residuais entre os corpos-de-prova localizados no centro do interior da mufla e aqueles próximos às paredes foi percebida na Campanha Experimental I, duas hipóteses foram formuladas:

- A distribuição de calor no interior da mufla não é homogênea uma vez que o interior é aquecido das paredes para o centro;
- O atendimento da temperatura de ensaio no interior na mufla não implica em atendimento da mesma dentro do material ensaiado.

Sendo assim, a Campanha Experimental II, a partir da formulação dessas hipóteses, buscou reduzir as diferenças encontradas na Campanha Experimental I.

O fluxograma das atividades executadas na Campanha Experimental II é mostrado na Figura 3.8.

Figura 3.8. Atividades desenvolvidas na Campanha Experimental II.



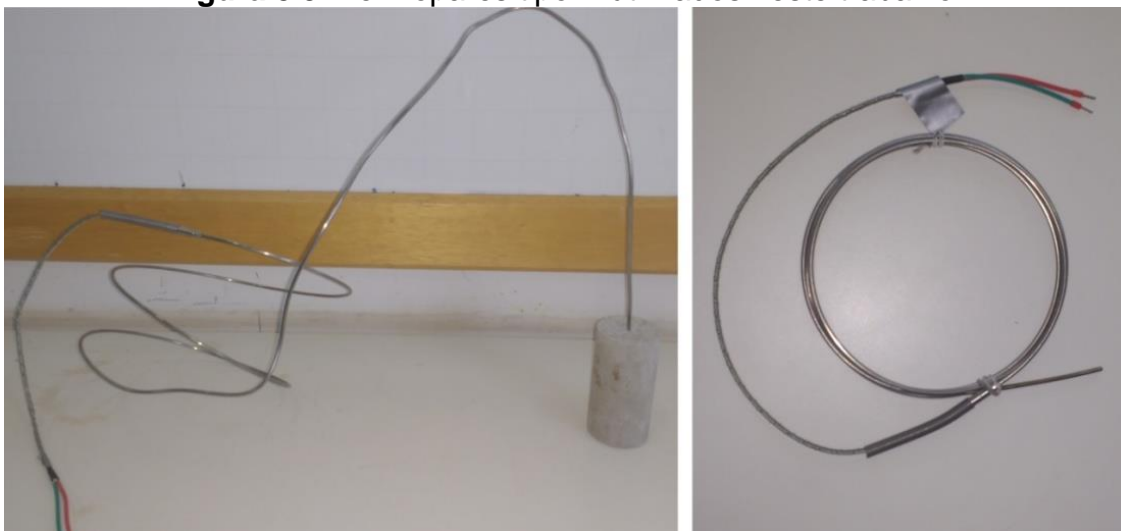
Fonte: O próprio Autor.

Percebeu-se, portanto, a necessidade de calibrar o procedimento de aquecimento para garantir o atendimento da temperatura máxima no interior das amostras.

Para isso, quatro amostras de uma das argamassas da Campanha Experimental I foram produzidas. Optou-se por escolher aquela cujos resultados apresentassem as alterações mais significativas. Desta forma, as argamassas de traço 1:3 e $a/c = 0,5$ foram produzidas.

Deste modo, os Termopares do tipo K mineral com terminal agulha e capacidade de medição até 1320 °C e precisão de leitura 0,2% foram inseridos nas amostras ainda em estado fresco. Uma vez que a idade de ensaio foi alcançada, as argamassas foram ensaiadas conforme o item 3.2.1.3. Os termopares utilizados neste trabalho podem ser vistos na Figura 3.9.

Figura 3.9. Termopares tipo K utilizados neste trabalho.



Fonte: O próprio Autor.

Ressalta-se que outro termopar foi posicionado no interior da mufla para verificar a diferença entre a temperatura no interior do equipamento e nas amostras.

As temperaturas foram registradas a cada minuto pelos termopares e gravadas em dispositivo DataLoggers LogBox. O equipamento possui dois canais de entrada sendo gerenciado por software próprio, denominado FieldChart®, que permite a criação de gráficos e tabelas. Assim, a leitura dos dados coletados pelos termopares permitiu que curvas de evolução temperatura x tempo fossem traçadas.

O ensaio foi finalizado somente depois de alcançado o equilíbrio de temperatura entre o interior da mufla e a amostra. Posteriormente, os tempos de duração de ensaio foram calibrados.

Além disso, para minimizar a possível dispersão dos resultados, hipótese inicialmente levantada, a disposição dos corpos de prova no interior da mufla também foi alterada. As amostras que inicialmente eram dispostas aleatoriamente pelo interior do equipamento foram, para a segunda e terceira campanha experimental, posicionadas próximas ao centro do mesmo.

3.3.4 Campanha Experimental III

O objetivo da terceira Campanha Experimental foi de reproduzir uma das argamassas básicas avaliadas na primeira Campanha Experimental buscando investigar as alterações ocorridas em escala micro e macroestrutural.

Para tanto, optou-se por produzir argamassas com relação $a/c = 0,5$, em razão dos resultados obtidos pela primeira campanha.

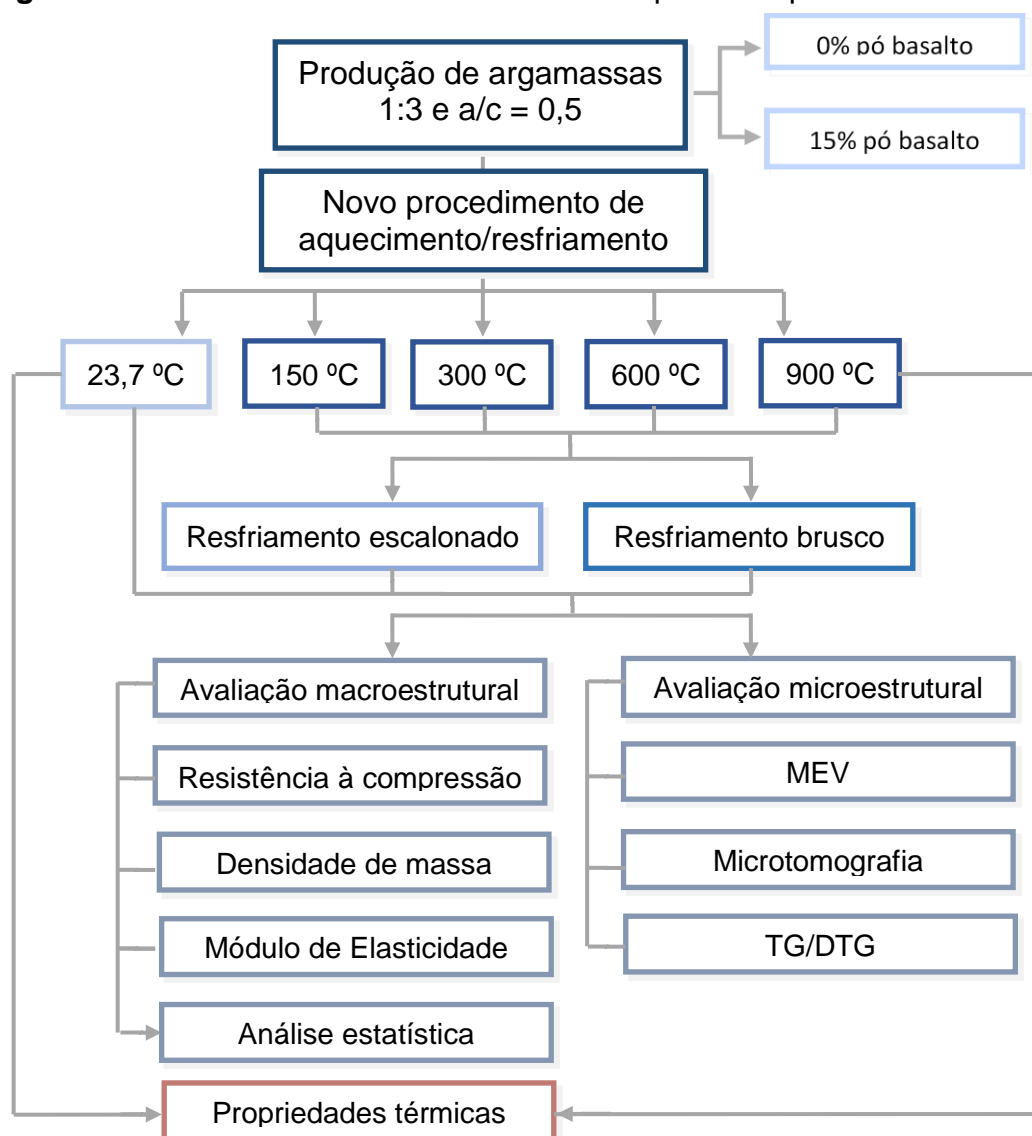
Adicionalmente, buscou-se também verificar o efeito da adição dos finos de basalto como agente de proteção passiva frente às elevadas temperaturas.

A escolha do pó de basalto se deve ao fato de que este é um resíduo correspondente a aproximadamente 10% de toda a produção do processo de britagem, o qual não possui destinação comercial, sendo estocado aos montes nos pátios das pedreiras.

Além disso, as baixas propriedades térmicas de condutividade e difusividade do basalto, quando comparado a outros materiais rochosos ou cimentícios, podem ser benéficas ao comportamento térmico de uma argamassa que tenha sido submetida a elevadas temperaturas. Cabe ainda ressaltar que o basalto não apresenta reatividade química ou qualquer propriedade nociva a argamassa, sendo um material já empregado na construção civil.

Na Figura 3.10 observa-se o fluxograma com as atividades desenvolvidas na Campanha Experimental III.

Figura 3.10. Atividades desenvolvidas na Campanha Experimental III.



Fonte: O próprio Autor.

Lembra-se que os tempos de duração e o tempo para retirada das argamassas do interior da mufla são aqueles obtidos como resultados da segunda Campanha Experimental.

Para esta Campanha Experimental, em cada uma das temperaturas máximas, 12 amostras foram aquecidas, sendo metade do lote resfriado em regime escalonado e a outra metade, em regime brusco. O resumo dos ensaios executados e a quantidade de corpos de prova produzidos para esta campanha estão listados na Tabela 3.6.

Tabela 3.6. Ensaio realizados e quantidade de amostras da Campanha Experimental III

Parâmetro avaliado	Amostras		Normas
	Dimensões (mm)	Quantidade	
Resistência à compressão			NBR 5739
	50x100	108	BS-1881 Part
Módulo de elasticidade dinâmico			203
Abertura de poros (Microtomografia)	20x40	17	-
Análise Térmica Diferencial	-	2	-

Fonte: O próprio Autor.

Para esta etapa, as argamassas foram nomeadas em função da presença ou ausência da adição dos finos de basalto, da seguinte forma:

PB.%_Resfriamento

Onde:

PB%: teor da adição de pó de basalto (0 para 0% e 15 para 15% de adição)

Resfriamento: “B” para resfriamento brusco e “E” para resfriamento escalonado.

Exemplos:

PB15_E (Argamassa com 15% de adição e regime de resfriamento escalonado).

3.3.5 Descrição dos ensaios realizados em escala microestrutural.

Esta etapa foi dedicada à investigação das alterações ocorridas na microestrutura em função da elevação de temperatura e do regime de resfriamento. Foram realizados ensaios de microscopia de varredura eletrônica (MEV), microtomografia (μ -CT) e análise termogravimétrica (TG/DTG), cujos objetivos foram, respectivamente, detectar as fases presentes na microestrutura, estimar as alterações na porosidade e registrar os picos de perda de massa.

3.3.5.1 Microscopia de varredura eletrônica (MEV)

O ensaio de MEV foi realizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Microanálise da Universidade Estadual de Londrina. As amostras foram retiradas dos corpos de prova e a preparação destas constou da remoção da umidade das argamassas seguida de banho de solução de ouro, para metalização da superfície. O objetivo deste ensaio foi identificar as alterações na morfologia das argamassas, registrando a presença ou ausência dos produtos de hidratação das amostras depois de terem sido aquecidas e resfriadas. A classificação das estruturas cristalinas se deu por critério de morfologia das fases.

3.3.5.2 Microtomografia (μ -CT)

O objetivo deste ensaio foi quantificar a porosidade das amostras, servindo, portanto, para avaliar a distribuição dos poros na amostra, a variação da abertura dos poros existentes e sua rede capilar à medida que estas amostras são submetidas às elevadas temperaturas.

Cabe salientar que para este ensaio as amostras contendo basalto não foram avaliadas em função da sua fragilidade para as dimensões escolhidas para os corpos de prova, isto é, (20x40) mm.

A porosidade das amostras foi avaliada por meio de equipamento SKYCAN 1173 – μ -CT, demonstrado na Figura 3.11, do Laboratório Multiusuário de Aplicações de raio-X da Universidade Estadual de Londrina (LARX/UEL).

Figura 3.11. Equipamento de microtomografia utilizado neste trabalho.



Fonte: O próprio Autor.

Para o ensaio utilizou-se amostras de (20X40) mm que foram posicionadas no porta amostras do equipamento e uma fonte de raio-X foi emitida de forma a se obter diversas radiografias dos objetos analisado em fatias transversais.

As radiografias bidimensionais foram reunidas criando assim um elemento tridimensional. Posteriormente, a estrutura e a textura das amostras foram avaliadas, sendo utilizada a resolução de 17 μm .

A qualidade dos resultados do ensaio de micrografia depende de alguns parâmetros que podem melhorar a qualidade das imagens obtidas. Entre estes podem ser citados a tensão e a corrente de ensaio, os tons de cinza, “frames”, pixel de imagem, filtro físico e o passo angular.

Os parâmetros de aquisição dos dados utilizados neste trabalho são exibidos na Tabela 3.7.

Tabela 3.7. Parâmetros de aquisição do ensaio microtomográfico.

Parâmetro	Valor	Parâmetro	Valor
Tensão da fonte (kV)	120,00	Pixel de imagem (μm)	17.09
Corrente da fonte (μA)	66,00	Filtro de latão (mm)	0,25
Tons de cinza	19 a 250	Passo angular (graus)	0,45 em 180°
Frame Averaging	3,00	Duração de ensaio (min:seg)	00:41:40

Fonte: O próprio Autor.

A tensão no tubo de raio-X é um dos parâmetros de maior importância na microtomografia. Quanto maior é a tensão, maior é a intensidade relativa de emissão de raio-X pelo tubo.

A corrente aplicada ao tubo de raio-X permite uma maior qualidade das imagens microtomográficas. No Skyscan 1173 os valores de corrente são ajustados automaticamente ao valor de tensão escolhido.

Os tons de cinza estão associados à resolução de contraste, isto é, com a capacidade de distinção de regiões com tons de cinza semelhantes. Este parâmetro não pode ser ajustado diretamente pelo usuário, dependendo da voltagem aplicada, da densidade, composição e dimensões da amostra. O parâmetro de resolução de contraste deste estudo foi acomodado no intervalo de tons de cinza entre 19 e 250, o que significa que todos os tons que fugissem deste intervalo foram identificados como espaços vazios.

O parâmetro “frames” é a média das projeções dada pelo software. O parâmetro de “frames” adotado foi de 3 vezes, isso significa que, para uma dada posição de leitura da amostra, três medidas foram realizadas e a média entre elas foi calculada automaticamente pelo programa.

O pixel da imagem é o menor elemento de área em uma imagem bidimensional. A escolha do pixel no valor de 17 μm se deve ao fato de que este era o menor valor para que se pudesse ensaiar a amostra em toda a sua altura.

O parâmetro de passo angular corresponde à rotação da amostra depois que uma leitura é finalizada. Neste trabalho o passo angular adotado foi de 0,45° de rotação até que a amostra estivesse rotacionada em 180°.

3.3.5.3 Termogravimetria e termogravimetria derivada (TG/DTG)

O ensaio de TG/DTG consistiu em aquecer as argamassas até uma temperatura determinada a uma taxa de aquecimento controlada. No decorrer do processo, os fenômenos térmicos que acompanham o aquecimento da amostra foram registrados, tais como liberação de calor (reação exotérmica) ou absorção de calor (reação endotérmica). Portanto, o objetivo deste ensaio foi determinar as temperaturas em que ocorreram os picos de perda de massa correlacionando-os à deterioração das fases cristalinas.

Para o presente trabalho, as amostras mantidas em temperatura ambiente foram moídas e peneiradas em peneira de abertura de 75 μm em um ambiente isolado para impedir a contaminação do material por oxigênio, o pó das argamassas PB0 e PB15 foi acondicionado em frascos pretos para que se impedisse o contato com a luz solar, que também poderia desencadear reações no material.

As curvas de TG/DTG foram obtidas das seguintes condições: as amostras foram depositadas em porta amostra de platina II (liga de platina com níquel) e expostas ao aquecimento com taxa de velocidade de 9 °C/min inicialmente 23,7 °C até a temperatura de 900 °C sob vazão de ar sintético de 50 mL/min.

O equipamento utilizado foi o TGA-Q50 da marca TA Instruments (USA) do Laboratório de Química Geral do Departamento de Química da Universidade Estadual de Maringá - UEM. Os resultados foram tratados pelo software OriginLAB 5.0 de onde foram obtidas as curvas de análise.

3.3.6 Descrição dos ensaios realizados em escala macroestrutural

Em escala macroestrutural, as argamassas foram avaliadas em valores residuais de resistência à compressão, conforme as recomendações da NBR 5739:2007 e módulo de elasticidade dinâmico das argamassas.

Para avaliar as velocidades da onda ultrassônica, bem como calcular o módulo de elasticidade dinâmico, foi utilizado o equipamento de ultrassom PunditLab, com transdutores de 54 kHz executando leitura por medição direta.

O equipamento utilizado nas medições de velocidade de onda ultrassônica é mostrado na Figura 3.12.

Figura 3.12. Equipamento de ultrassom utilizado neste trabalho.



Fonte: O próprio Autor.

O módulo de elasticidade dinâmico foi estimado por meio da Equação 3.1, de acordo com a norma BS-1881 Part 203.

Equação 3.1. Módulo de elasticidade dinâmico.

$$Ed = \gamma \cdot V^2 \cdot \frac{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)}{1 - \nu}$$

Onde:

Ed = Módulo de elasticidade dinâmico (GPa);

γ = densidade de massa no estado endurecido (em kg/m³);

ν = velocidade com que a onda ultrassônica percorre o corpo de prova no sentido longitudinal (em km/s);

ν = coeficiente de Poisson que, segundo CALLISTER (2002), é a razão entre a deformação transversal e longitudinal quando, um corpo de prova é submetido a uma carga de compressão axial. Segundo CARNEIRO (1999), para argamassas o coeficiente varia de 0,10 a 0,20, sendo tanto menor quanto menor for a capacidade de deformação da argamassa. O valor do coeficiente de Poisson foi fixado no valor de 0,20

3.3.6.1 Análise estatística

Os valores das propriedades residuais das amostras, isto é, depois de serem submetidas ao ensaio de aquecimento/resfriamento foram analisados pelo método estatístico de Análise da Variância (ANOVA).

A ANOVA foi empregada para identificar a ocorrência de diferenças significativas entre os valores da variável de resposta, medidos nos diversos níveis do fator controlável. No caso do presente trabalho, a ANOVA foi empregada em cada grupo de argamassas separadamente, a fim de verificar o grau de significância das diferenças entre as propriedades aferidas nas diferentes temperaturas de ensaio.

A análise das variâncias considerou que quando o p-valor for menor do que 5% (0,05) há diferença significativa entre as propriedades residuais avaliadas. Posteriormente, caso os grupos apresentassem desigualdade e, a fim de identificar quais grupos eram responsáveis pelas desigualdades, foram realizados pós-testes de agrupamento das médias (Tukey HSD).

Ao final, um teste de hipóteses com dados emparelhados foi aplicado entre as amostras resfriadas em regime escalonado e brusco e a fim de verificar a ocorrência de diferença dos resultados entre os regimes de resfriamento. Para isso, foi utilizado o software Statistica 8.0.

4. RESULTADOS E ANÁLISE

Neste capítulo estão apresentados os resultados obtidos nas investigações, em escala micro e macroestrutural, decorrentes de três campanhas experimentais, para verificar alterações ocorridas nas argamassas que foram submetidas a elevadas temperaturas e regimes de resfriamento distintos.

4.1 Campanha Experimental I

A primeira Campanha Experimental teve como objetivo registrar as alterações ocorridas nas argamassas que foram submetidas às altas temperaturas e resfriadas em dois regimes, escalonado (RE) e brusco (RB), nas escalas micro e macroestrutural. As argamassas com traço 1:3 e relação a/c de 0,5 e 0,6 foram nomeadas conforme o item 3.3.2.

4.1.1 Alterações na microestrutura

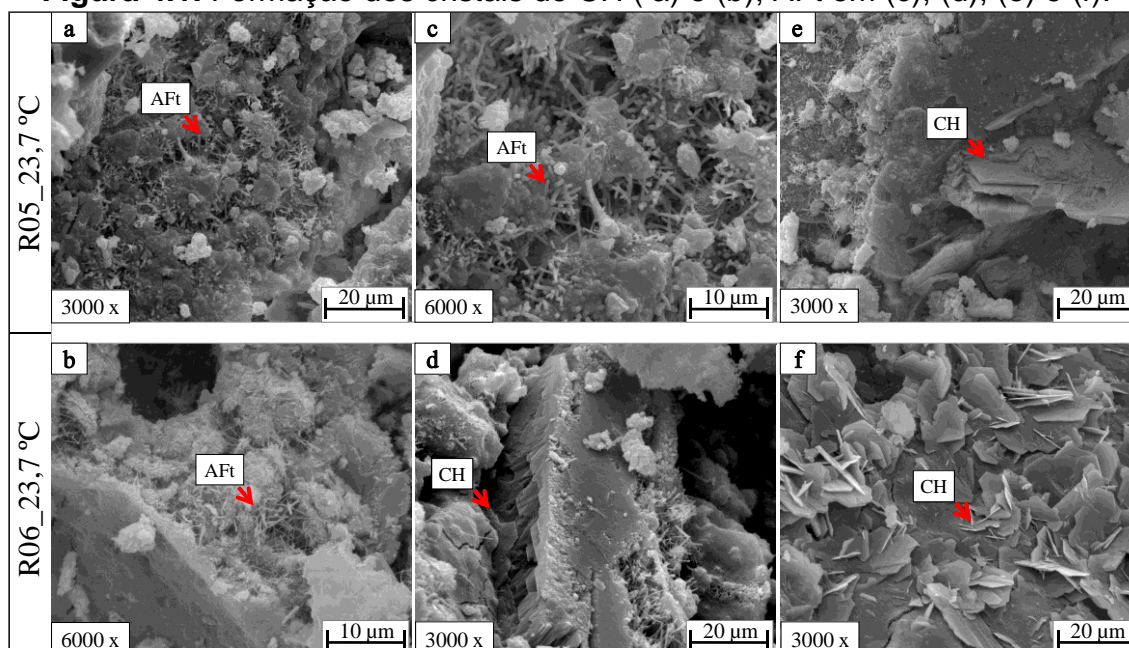
Para a verificação das alterações decorrentes de aquecimento/resfriamento, a estratégia consistiu em detectar a presença ou ausência dos produtos de hidratação nas argamassas com 28 dias de idade que foram submetidas aos dois regimes de aquecimento/resfriamento.

Lembra-se que a identificação das fases se baseou apenas na sua morfologia.

Vale lembrar que a preparação das amostras seguiram as etapas dos itens 3.3.1 e 3.3.1.1.

Os ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das argamassas mostraram mudanças na morfologia como consequência da exposição a temperaturas elevadas e ao regime de resfriamento. As micrografias das amostras de referência são vistas na Figura 4.1.

Figura 4.1. Formação dos cristais de CH (a) e (b); AFt em (c), (d), (e) e (f).



Fonte: O próprio Autor.

Em temperatura ambiente as fases verificadas foram principalmente o CH, que se apresentou em estruturas prismáticas com certas irregularidades morfológicas, e algumas áreas com o início da formação dos cristais de AFt.

O C-S-H não foi encontrado nessas amostras para os aumentos de imagem escolhidos. Isso pode ter acontecido pelo fato de que, à temperatura ambiente, os cristais de C-S-H apresentam-se em estruturas bastante irregulares.

Chen *et al.* (2004), concordam que a complexidade estrutural do C-S-H dificulta a sua caracterização em temperatura ambiente. De acordo com os autores, o C-S-H possui mais de 30 fases cristalinas conhecidas e em temperatura ambiente essas fases variam de semicristais a estruturas quase amorfas.

Deve-se acrescentar que o C-S-H, em temperatura ambiente, possui dimensões bastante inferiores às outras duas fases, AFt e CH.

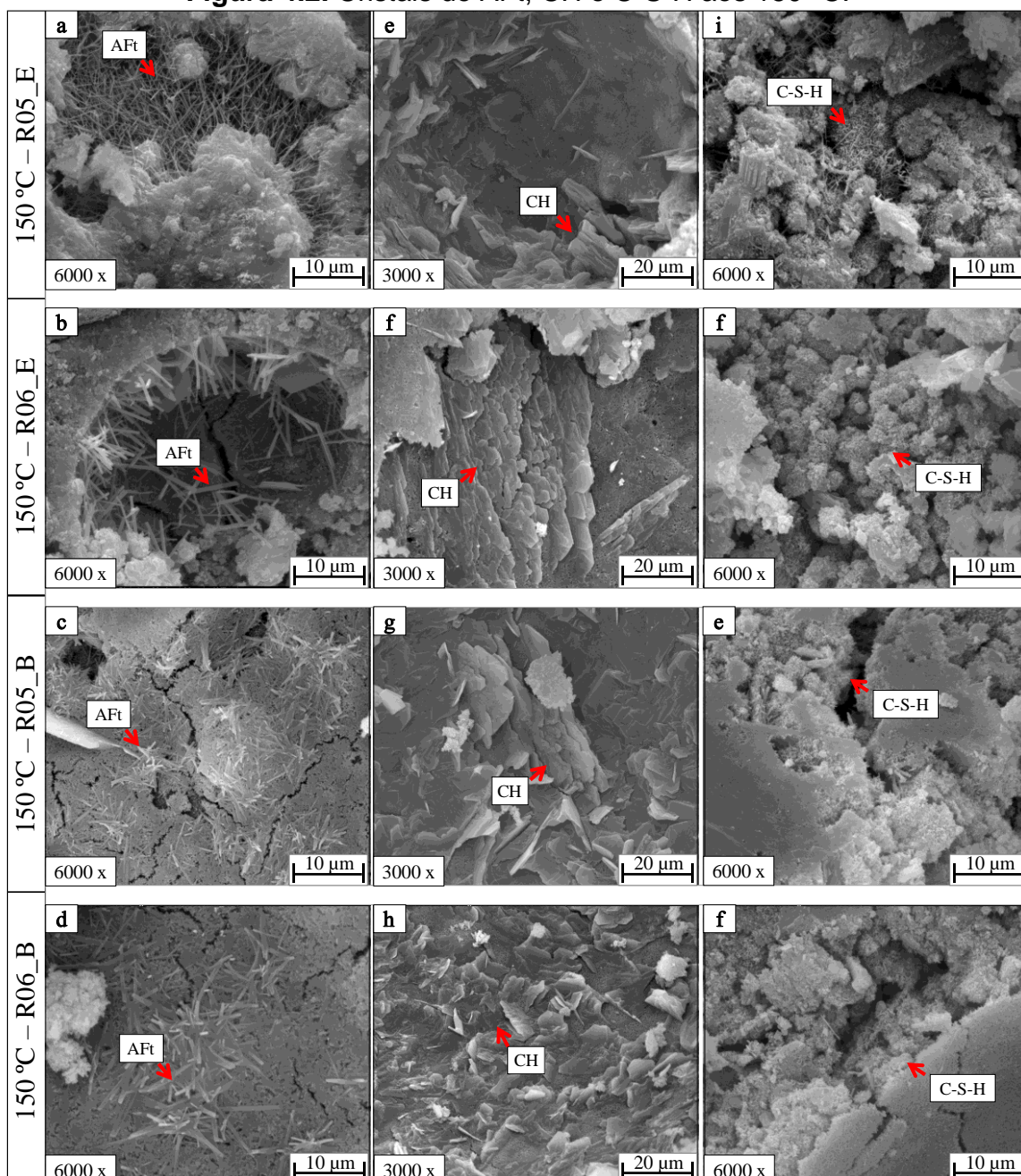
Alguns autores caracterizaram o C-S-H em temperatura ambiente como nanocristalino, poroso e com uma grande área de superfície específica, sendo associado a uma estrutura lamelar desordenada cuja dimensão média é de 14 nm (TAYLOR, 1997)

Gauffinet *et al.* (1998) ao observarem o desenvolvimento de C-S-H por microscopia de força atômica (AFM) descreveram a estrutura do C-S-H como sendo complexa e dotada de partículas com 60 nm de comprimento, largura de 30nm a 50 nm e 5 nm de espessura.

Como o equipamento só permitiu aumentos de imagem até 12.000 vezes e considerando que a amostra é relativamente pequena comparada ao corpo de prova de (50 x 100) mm, a não detecção dessa fase em temperatura ambiente para os aumentos de imagem escolhidos não significa necessariamente a ausência do C-S-H, mas sim que maiores aumentos de imagem seriam necessários.

As estruturas cristalinas encontradas nas amostras que foram submetidas a 150 °C estão visualizadas na Figura 4.2.

Figura 4.2. Cristais de AFt, CH e C-S-H aos 150 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Pode-se observar na que as fases presentes na temperatura de referência também foram encontradas nas argamassas submetidas a 150 °C. No entanto, para esta última temperatura, os cristais de C-S-H foram observados em aumentos de imagem de 6000 vezes, o que não ocorreu anteriormente.

Com relação aos cristais de etringita (AFt), verifica-se ocorreram diferenças morfológicas entre as estruturas observadas na Figura 4.2 em (a) e (b) e aquelas encontradas em (c) e (d). Nas amostras resfriadas em regime escalonado, a AFt apresentara-se na formas de fios e agulhas enquanto aquelas em regime brusco, apenas o formato tipo agulha foi observado em pontos isolados. Como a AFt é a primeira das fases a se deteriorar, sendo decomposta em 70 °C, acredita-se que esta diferença seja resultante do resfriamento.

A presença da etringita a 150 °C é corroborada por Taylor (1997). Segundo o autor, a AFt é instável a temperaturas acima de 70 °C, mas na presença de sulfatos na pasta de cimento, esta fase pode permanecer estável.

Outra possibilidade é a formação de etringita secundária (DEF), o que também explicaria a observação do C-S-H. A DEF ocorre quando as fases cristalinas fornecem uma fonte de sulfato como resultado do rápido aquecimento a temperaturas superiores a 65 °C (PAVOINE; BRUNETAUD; DIVET, 2012).

A formação da DEF geralmente acontece pontualmente e ocasiona uma expansão volumétrica localizada, o que resulta em tensões internas que provocam fissuras (TAYLOR; FAMY; SCRIVENER, 2001).

Como se pode verificar na Figura 4.2, em alguns casos as etringitas possuem formato de agulhas que são dispostas pontualmente pela pasta. Nestes casos, as regiões contendo AFt também se mostraram fissuradas, o que pode ter acontecido em decorrência das tensões geradas durante a formação da DEF.

A DEF pode ocorrer no material em estado endurecido e em altas temperaturas e favorece a produção de monossulfoaluminato de cálcio hidratado ($\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{SO}_4)(\text{OH})_{12}(\text{H}_2\text{O})_6$). Quando a pasta é resfriada, o cálcio, os aluminatos e os sulfatos presentes no monossulfoaluminato se dispersam, levando à formação da DEF e de C-S-H (PAVOINE; BRUNETAUD; DIVET, 2012).

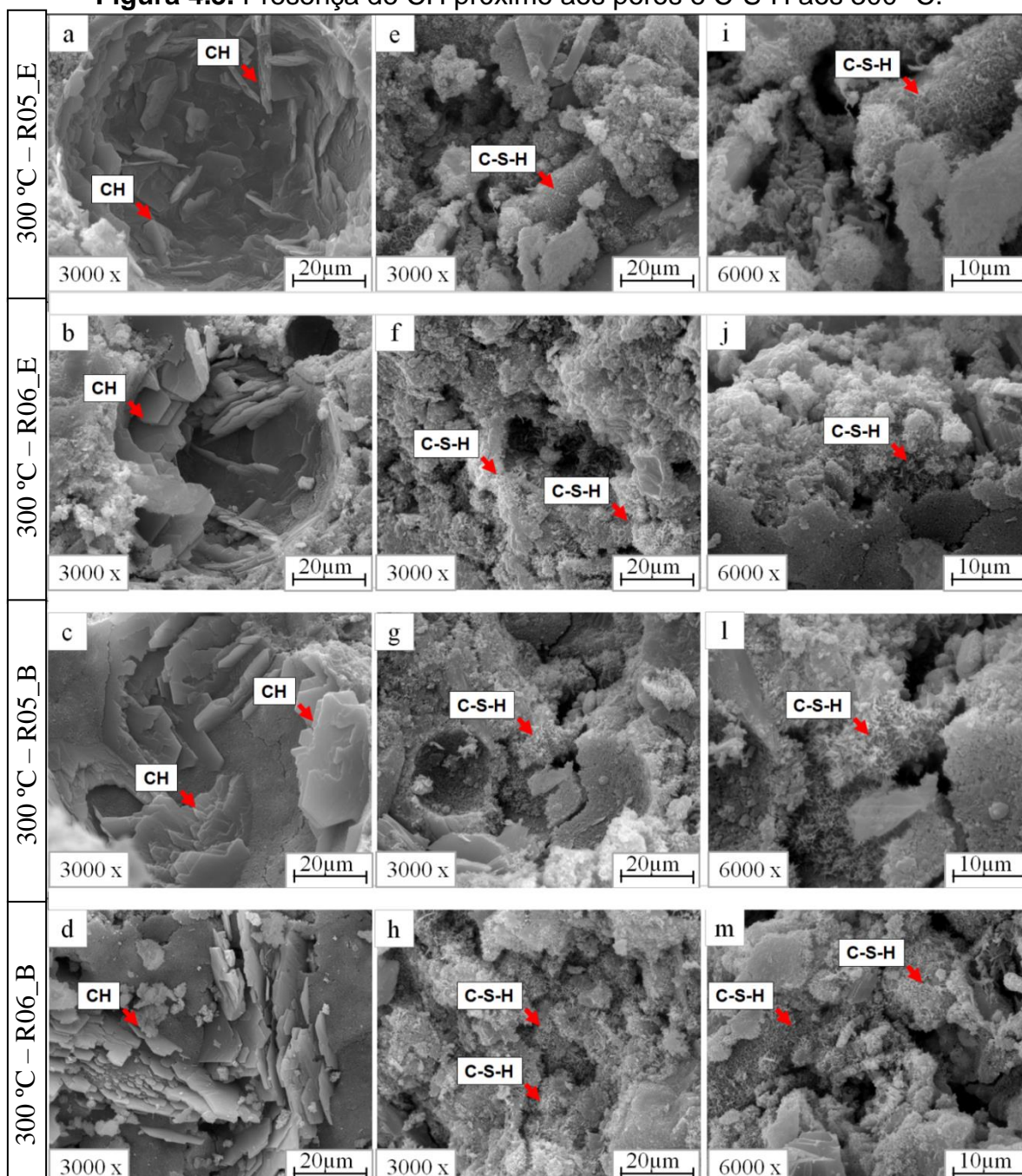
A formação de DEF acompanhada de C-S-H é corroborada por Pavoine, Brunetaud e Divet (2012). Os autores explicam que a elevação da temperatura altera as condições de equilíbrio dos sulfatos e dos aluminatos presentes na pasta e estimulam a adsorção de íons na superfície do C-S-H. Ainda

de acordo com os mesmos autores, no início do processo de formação da DEF, a etringita se forma no espaço interlamelar do C-S-H.

Com relação ao CH, assim como na temperatura de referência, verifica-se a presença destes cristais em regiões próximas aos poros, na Figura 4.2 em (e), (f), (g) e (h).

Na Figura 4.3 são apresentados os resultados de ensaio da microscopia das argamassas aquecidas a 300 °C.

Figura 4.3. Presença de CH próximo aos poros e C-S-H aos 300 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Nas amostras expostas a 300 °C, tanto para R05 quanto para R06, a presença de AFt não foi detectada. No entanto, as áreas com CH catalogadas em na Figura 4.3 em (a), (b), (c) e (d) parecem estar mais densas quando comparado a 150 °C. A esta temperatura, também o C-S-H foi observado em aumentos de imagem de 3000 vezes como verificado na Figura 4.3 em (e), (f), (g) e (h) enquanto a 150 °C estas estruturas foram registradas somente em aumentos de imagem de 6000 vezes.

O fato do C-S-H ser percebido em menores aumentos de imagem à medida que a temperatura se eleva até os 300 °C sugere não somente que há maior quantidade deste produto, mas também que há maior concentração destes.

Uma vez que a temperatura e a pressão interna do material se elevam e, por consequência, corroboram com o fluxo da água na forma de vapor, o processo de hidratação das partículas não hidratadas remanescentes é acelerado.

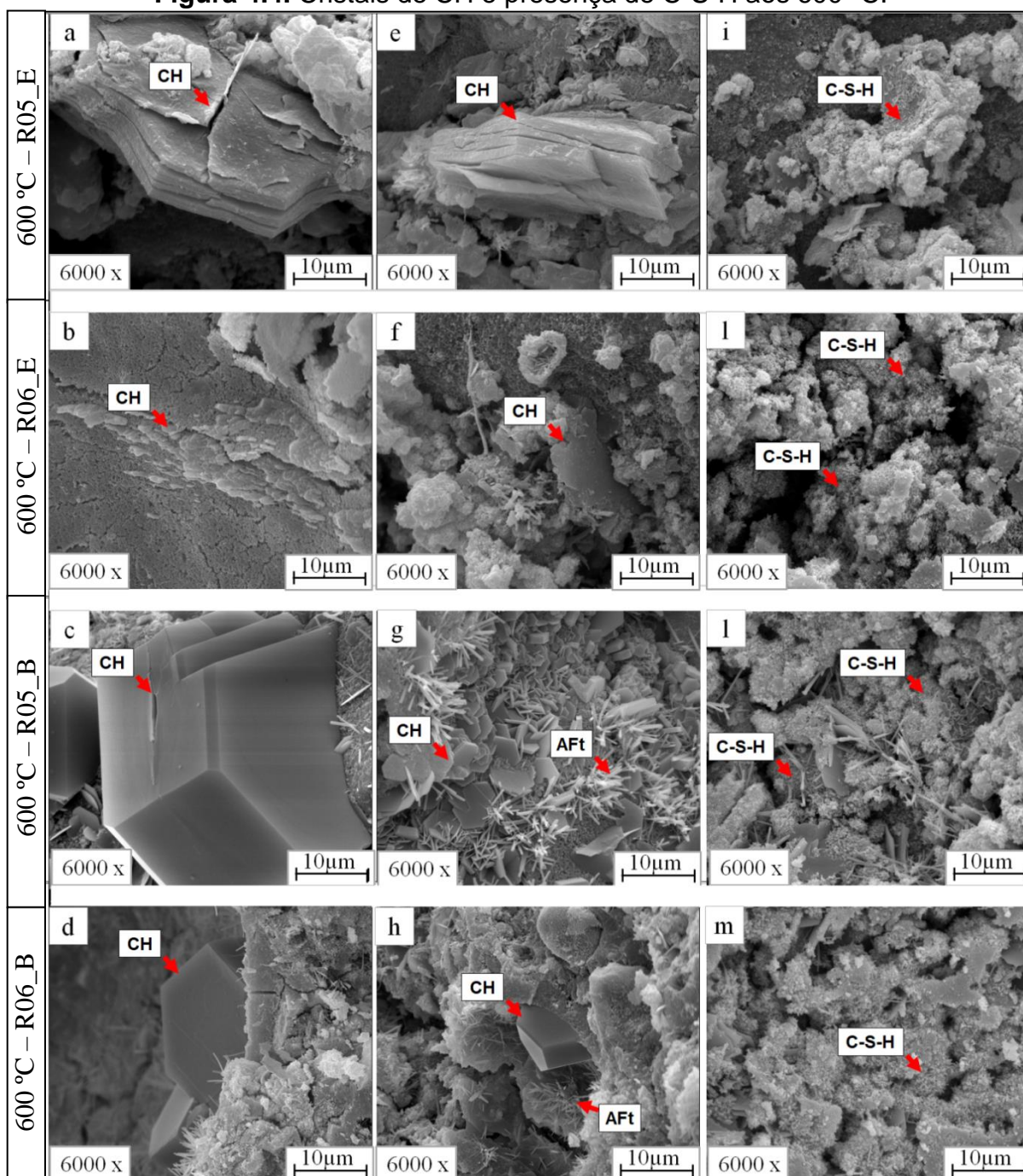
Acima de 250 °C, o vapor produzido pela eliminação das parcelas de água livre e adsorvida também pode ter contribuído para o surgimento do C-S-H (EL-DIDAMONY; EL-RAHMAN; OSMAN, 2011). A quantidade de C-S-H aumenta até 400 °C devido à hidratação de partículas de cimento inicialmente não hidratadas (PENG; HUANG, 2008). Isso acontece porque a hidratação dessas partículas continua enquanto houver água interna disponível, ainda que na forma de vapor.

Acredita-se que nesta faixa de temperatura a combinação de água disponível em forma de vapor combinada ao aumento de pressão interna e à temperatura elevada, condição correspondente a reação de autoclavagem interna, conduz à formação adicional de cristais que tendem a ocupar os espaços vazios internos, podendo inclusive melhorar a resistência da ligação pasta-agregado.

Como o C-S-H é a principal fase relacionada ao desempenho mecânico das argamassas, acredita-se a formação adicional desse cristal possa conferir um acréscimo de resistência às argamassas em escala macroestrutural. Além disso, o resfriamento brusco (submersão em água corrente) também pode ter contribuído para a hidratação adicional da pasta das amostras. Não foram também observadas ocorrências de novas fases entre 150 °C e 300 °C.

Os cristais presentes nas amostras aquecidas a 600 °C podem ser vistos na Figura 4.4.

Figura 4.4. Cristais de CH e presença de C-S-H aos 600 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Para esta temperatura, os cristais de AFt nas amostras resfriadas em regime escalonado não foram encontrados, contudo, algumas áreas com AFt foram identificadas nas argamassas resfriadas bruscamente.

Acredita-se que a presença da etringita aos 600 °C seja o resultado do conteúdo de sulfato e aluminato remanescente na pasta de cimento que pode ter se hidratado ao contato com a água de resfriamento.

No caso do CH, os cristais identificados nas amostras resfriadas em regime escalonado na Figura 4.4 em (a), (b), (e) e (f) parecem estar em processo de decomposição, apresentando regiões fissuradas e o deslocamento das camadas superficiais.

Segundo Rashad e Zeedan (2012), a decomposição de hidróxido de cálcio em CaO tem início de 430 °C a 600 °C e causa um efeito adicional sobre a perda de resistência. Assim, em escala macroestrutural a diferença de morfologia entre as estruturas de CH nos diferentes regimes pode ser refletida em distintos valores de resistência.

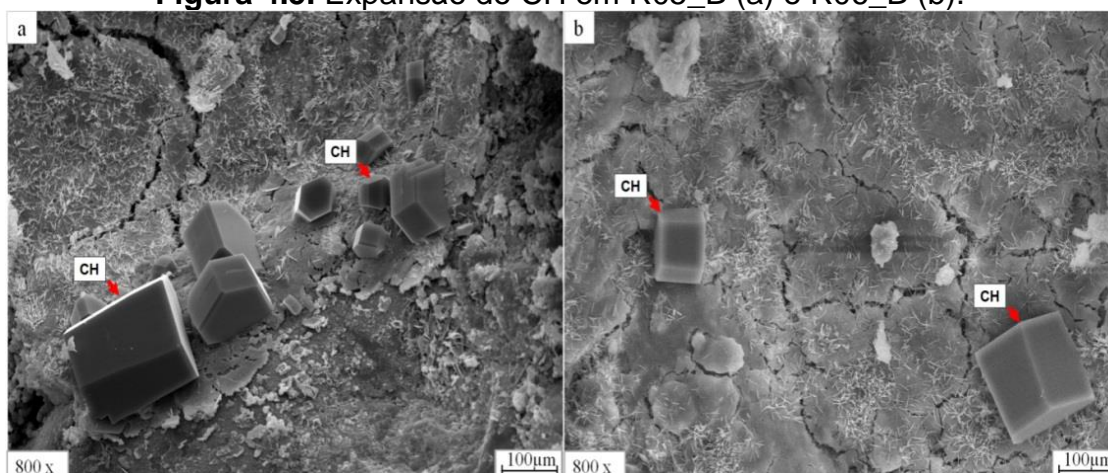
Os cristais de CH encontrados nas amostras submetidas ao resfriamento brusco na Figura 4.4 em (c), (d), (g) e (h) por sua vez, parecem estar mais definidas que aqueles presentes nas argamassas resfriadas em regime escalonado. A melhor definição destes cristais indica ocorrência de reidratação por choque térmico, que pode ter ocorrido durante o contato da água de resfriamento.

Para ambas as relações a/c, argamassas R05 e R06, os mesmos cristais foram identificados, independente do regime de resfriamento adotado. Contudo, nas amostras resfriadas bruscamente, R05_B e R06_B, os cristais de CH parecem ter se expandido, conforme visualizado na Figura 4.5.

Segundo Castellote *et al.* (2004) o hidróxido de cálcio é decomposto próximo aos 510 °C e pode ser parcialmente recuperado durante o resfriamento, sendo o aumento de suas dimensões a consequência direta dessa reidratação.

As estruturas apresentadas na Figura 4.5 reforçam a ideia de expansão dos cristais.

Figura 4.5. Expansão do CH em R05_B (a) e R06_B (b).



Fonte: O próprio Autor.

As estruturas identificadas na Figura 4.5 possuem dimensões variando de 23,19 μm a 64,28 μm .

Notou-se um aumento nos cristais de hidróxido de cálcio das argamassas que passaram por resfriamento brusco. Os cristais até então só percebidos na escala de 10 μm (3000 vezes) passaram a ser visíveis na escala de 100 μm (800 vezes).

O aumento nas dimensões desta fase pode ser explicado pelo fato de que durante o aquecimento até 600 $^{\circ}\text{C}$, o CH, cujo tamanho médio é de 1 μm desidratam, formando cristais de CaO, normalmente de tamanho 0,001 μm (VYDRA *et al.*, 2001; RASHAD; ZEEDAN, 2012).

Uma vez que a área de superfície do CaO é maior comparado ao CH, ele tende a reidratar-se mais rapidamente em contato com água, formando cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ secundários.

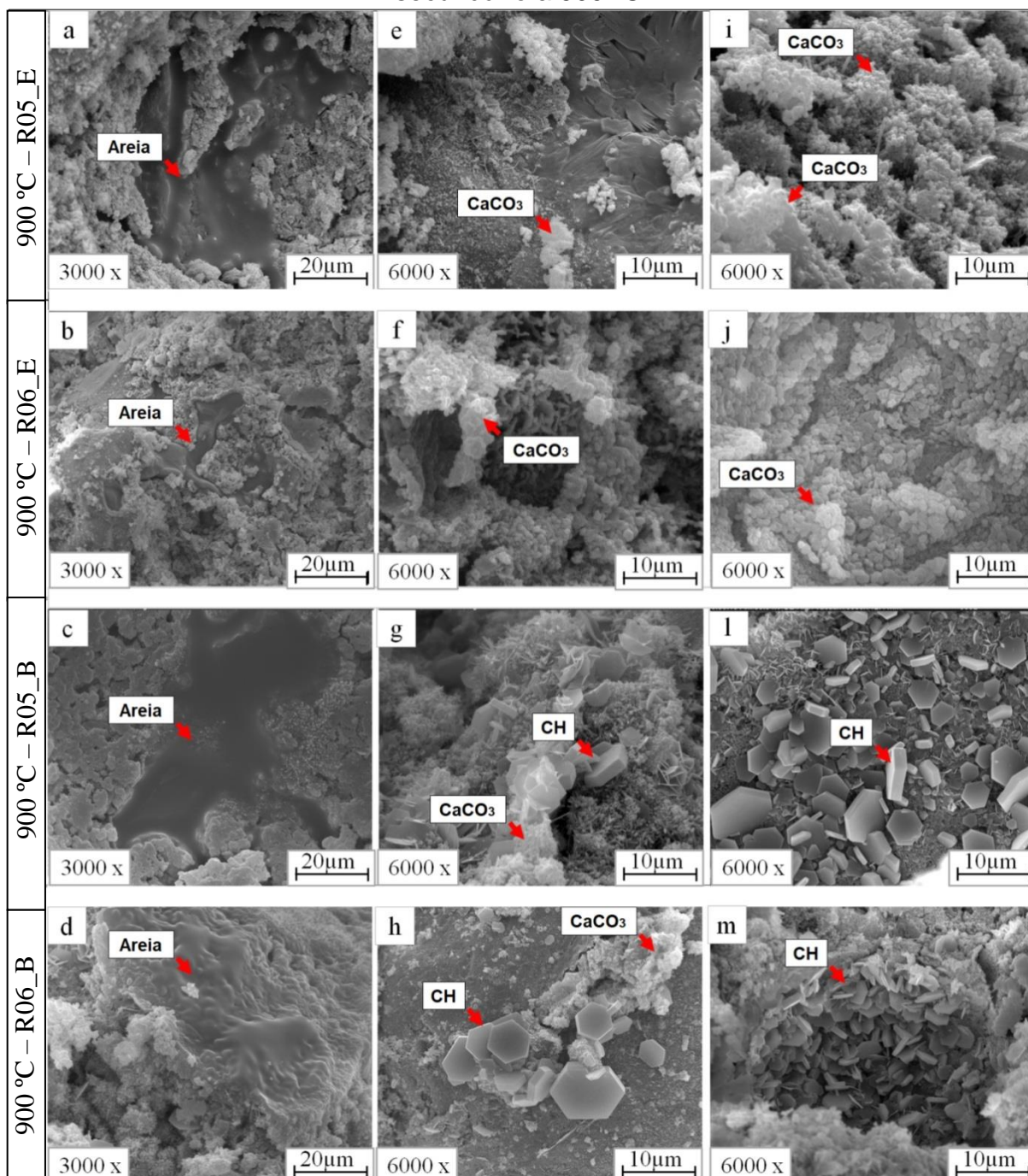
Durante a reidratação, o volume do CH secundário é expandido em aproximadamente 44% em relação ao volume do produto primário (XU, *et al.*, 2001; KHANDAKER; HOSSAIN, 2006; XIAO; XIE; ZHANG, 2006; MENDES; SANJAYAN; COLLINS, 2007; XING *et al.*, 2011; RASHAD; ZEEDAN, 2012).

A reidratação do CaO durante o resfriamento brusco também pode ser refletido em escala macroestrutural no surgimento de fissuras, uma vez que a expansão dos cristais secundários contribui para a formação de tensões internas que podem gerar ou aumentar as aberturas de fissuras.

Para esta temperatura, os cristais de C-S-H foram encontrados apenas em aumentos de imagem de 6000 vezes. Como anteriormente estas estruturas haviam sido registradas em menores aumentos de imagem, sugere-se que o processo de desidratação do C-S-H aos 600 $^{\circ}\text{C}$.

As micrografias das amostras aquecidas até 900 $^{\circ}\text{C}$ são apresentadas na Figura 4.6.

Figura 4.6. Fusão de partícula de areia; presença de CaCO_3 e formação de CH secundário a 900 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Para a temperatura de 900 °C, independente da relação a/c, todas as estruturas cristalinas presentes em 23,7 °C se fizeram ausentes para as amostras resfriadas em regime escalonado. Nestes casos, apenas a fase de CaCO_3 foi registrada, como verificado na Figura 4.6 em (a), (b), (e), (f), (i) e (j).

A presença de CaCO_3 também foi registrada, embora pontualmente, nas amostras resfriadas em regime brusco. Para estas amostras ainda foram detectados cristais de AFt e CH.

Como o processo de deterioração da etringita e do hidróxido de cálcio havia sido iniciado em temperaturas inferiores acredita-se que este processo foi completado neste patamar (900 °C). A justificativa para o surgimento dos dois cristais apenas nas amostras resfriadas bruscamente pode ter sido um efeito da reidratação pelo contato com a água de resfriamento.

Esse comportamento é referendado por Rashad e Zeedan (2012). De acordo com os autores, o processo de desidratação das fases cristalinas presentes na pasta de cimento é completado em temperaturas superiores a 800 °C.

Ainda nesta temperatura o C-S-H praticamente desaparece, podendo retornar à forma de alguns de seus constituintes como o $\beta\text{-C}_2\text{S}$ e o C_3S . Por consequência, há redução acentuada da resistência à compressão aos 900 °C em escala macroestrutura, o que está relacionado à ausência dos cristais presentes em temperatura ambiente, principalmente com relação à decomposição do C-S-H que praticamente desaparece, podendo retornar à forma de alguns de seus constituintes como o $\beta\text{-C}_2\text{S}$ e o C_3S (EL-DIDAMONY; EL-RAHMAN; OSMAN, 2011).

Com a decomposição do C-S-H, íons de sulfato e aluminato podem ter sido liberados na pasta de cimento e, uma vez que as amostras foram resfriadas em resfriamento brusco, estes íons podem ter contribuído para a formação de etringita tardia.

No caso do CH, percebido na Figura 4.6 em (g), (h), (l) e (m). As partículas de CaO liberadas durante o aquecimento podem ter absorvido uma quantidade de água do resfriamento suficiente para reidratar-se resultando na formação de cristais secundários.

Quanto ao agregado, notou-se a fusão de algumas partículas de areia, registrado na Figura 4.6 em (a), (b), (c) e (d), em todas as amostras, independente de a/c ou do regime de resfriamento. As partículas de agregado visualizadas nas micrografias parecem ter fluido pela pasta preenchendo espaços vazios e adquirindo aspecto vítreo.

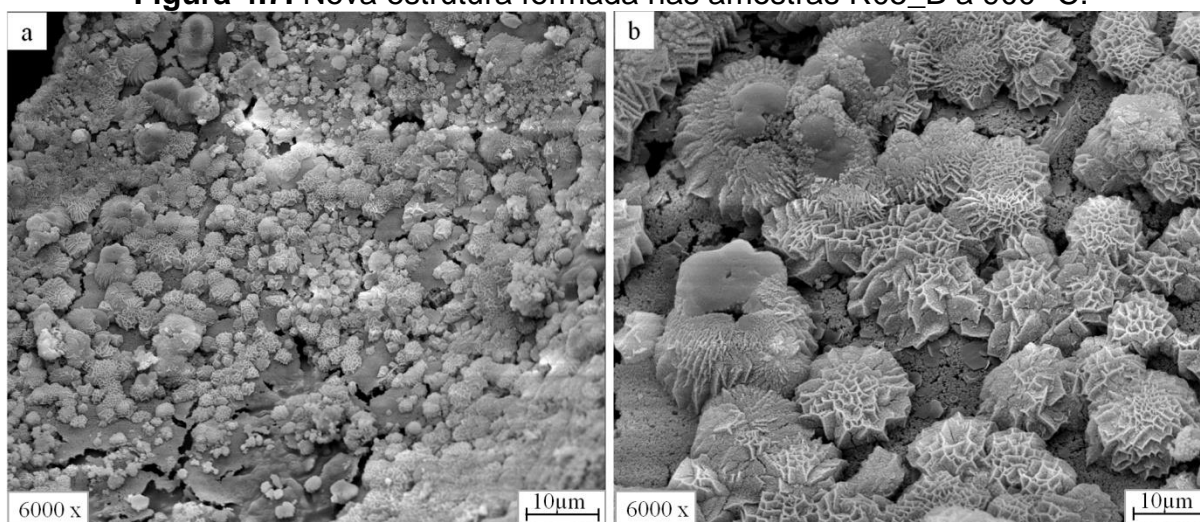
Este fenômeno é referendado por Switzer, Zihms e Tarantino (2015) que registraram, por meio de microtomografia, uma mudança na superfície das partículas de areia, até 1000 °C, que se mostraram menos rugosas que aquelas não

aquecidas. Segundo os autores o alisamento líquido da superfície da areia é iniciado aos 750 °C.

Essa aparência hialina da areia é explicada pelas alterações experimentadas pelo dióxido de silício que se torna instável com temperaturas superiores a 800 °C, formando tridimita e cristobalita, que são estruturas cristalinas mais planas (ZIHMS *et al.*, 2013). Estas mudanças da superfície dos agregados podem ter implicações na interação pasta-agregado, que influenciaram o comportamento mecânico das argamassas.

Ainda na temperatura de 900 °C notou-se que, nas argamassas com $a/c = 0,5$ e regime de resfriamento brusco (R05_B), há formação de uma nova estrutura cristalina, apresentada na Figura 4.7.

Figura 4.7. Nova estrutura formada nas amostras R05_B a 900 °C.

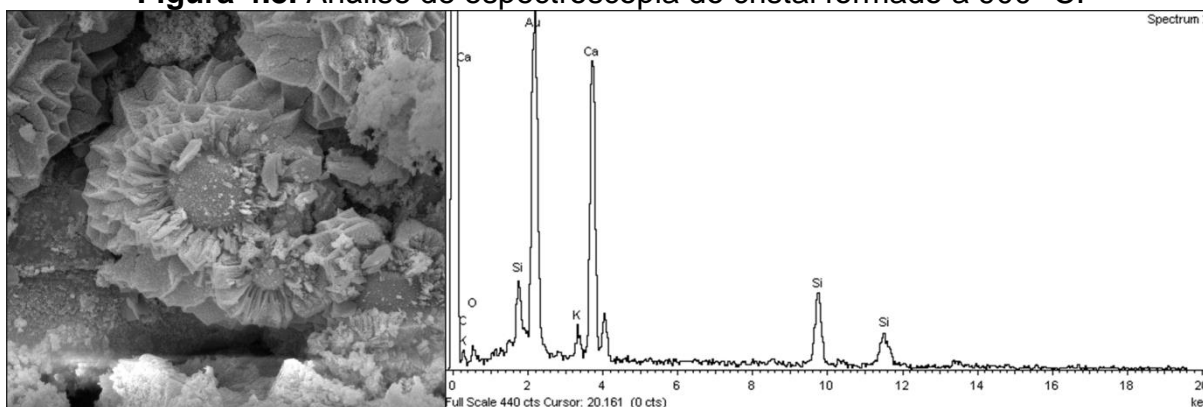


Fonte: O próprio Autor.

As estruturas formadas são visíveis com aumento de imagem de 600 vezes, Figura 4.7 (a), possuindo aparência rugosa com um centro liso rodeado por cristais pontiagudos em (b).

Esta formação foi registrada apenas nas argamassas com menor a/c (0,5) em regime de resfriamento brusco. A análise de espectroscopia por dispersão de energia de Raios X (EDS) de um destes cristais é apresentada na Figura 4.8.

Figura 4.8. Análise de espectroscopia do cristal formado a 900 °C.



Fonte: O próprio Autor.

A análise por EDS mostrou que no centro liso destes cristais o elemento dominante é o silício, já no contorno rugoso e pontiagudo há presença de cálcio, carbono, oxigênio, silício e picos menores de potássio.

Acredita-se que o surgimento destas estruturas seja o resultado da combinação dos produtos gerados na decomposição das fases de hidratação da pasta e do agregado derretido. Os compostos resultantes da dissociação do da AFt, do CH e do C-S-H podem ter sido aglomerados pelo agregado em estado fluido. O resfriamento brusco teria, portanto, reidratado parte desses elementos, resultando em uma nova morfologia.

Rashad e Zeedan (2012) em seu estudo, ao analisar as amostras por espectroscopia por dispersão de energia de Raios X (EDS) em compósitos cimentícios que foram aquecidos a 1000 °C e resfriados em água verificaram picos dominantes de Ca e O₂. Nesta temperatura, todas as fases hidratadas incluindo Ca(OH)₂ e C-S-H apareceram como estruturas amorfas perdendo a sua estrutura cristalina característica.

O surgimento da nova fase também pode ter relação com a quantidade de água de amassamento na argamassa, visto que a mesma não foi encontrada nas amostras com maior relação a/c. Assim, as possibilidades que levaram à formação destes cristais são:

- decomposição dos cristais de Ca(OH)₂, etringita e C-S-H;
- fusão da areia próximo aos 900 °C;
- combinação dos materiais decompostos;
- maior pressão interna em função da matriz mais compacta (menor a/c);
- reidratação por choque térmico em água (resfriamento brusco).

4.1.2 Alterações na macroestrutura

Este item teve como finalidade avaliar as alterações, em escala macroestrutural, de argamassas com diferentes a/c que foram submetidas às temperaturas de 150 °C, 300 °C, 600 °C e 900 °C e resfriadas em dois regimes distintos (resfriamento escalonado e brusco), mediante a verificação das suas propriedades residuais.

É importante lembrar que como propriedades residuais consideram-se os valores de resistência à compressão e módulo de elasticidade que foram obtidos após o ensaio de aquecimento/resfriamento e comparados aos valores aferidos em temperatura ambiente.

4.1.2.1 Resistência à compressão residual

Os resultados de resistência à compressão residual das argamassas aos 28 dias são apresentados na Tabela 4.1 e tomaram como referência (100%) os valores obtidos à temperatura de referência, isto é, 23,7 °C.

Tabela 4.1. Resistência à compressão residual.

RESFRIAMENTO ESCALONADO (RE)					RESFRIAMENTO BRUSCO (RB)				
RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO RESIDUAL (MPa)									
T (°C)	R05_E	(%)	R06_E	(%)	R05_B	(%)	R06_B	(%)	
23,7	31,42	100	25,14	100	31,42	100	25,14	100	
150	24,07	77	22,34	89	24,78	79	24,07	96	
300	24,84	79	26,38	105	26,02	83	27,62	110	
600	2,84	9	2,78	11	13,17	42	12,88	51	
900	0,69	2	1,08	4	-	-	-	-	

Fonte: O próprio Autor.

Os primeiros efeitos das temperaturas são notados na primeira temperatura de ensaio, 150 °C. Nesta temperatura, uma redução na resistência inicial foi percebida em todas as amostras, sendo os menores valores de resistência à compressão residual registrados nas argamassas com relação a/c = 0,5 independente do regime de resfriamento.

Como todas as fases presentes a 23,7 °C foram encontradas a 150 °C por ensaio de MEV acredita-se que essa redução da resistência residual seja o resultado da eliminação parcial da água contida no interior das amostras.

Entre 23,7 °C e 150 °C a evaporação da parcela de água livre e adsorvida no material é iniciada e com isto, a tensão superficial da água intermelar do C-S-H aumenta, resultando na diminuição das forças de Van der Waals, que por sua vez é refletida na redução da resistência do material em escala macroestrutural (DIAS, KHOURY e SULLIVAN, 1990; KHOURY, 1992).

Adicionalmente, diminuição de resistência à compressão inicial em 150 °C também pode ser atribuída à fissuração induzida pelo aquecimento.

Esta hipótese é corroborada por Hager (2013) que explica que o surgimento das microfissuras na pasta de cimento é causado pela expansão da água adsorvida entre as camadas do C-S-H, aumentando a distância entre essas camadas, reduzindo as forças de Van der Waals e, por consequência,, induzindo o surgimento de tensões internas no material.

De 150 °C a 300 °C, um acréscimo da resistência com relação às temperaturas anteriores foi verificado para as duas argamassas, independente do regime de resfriamento.

Pontua-se que, durante o ensaio de MEV, para essa faixa de temperatura, o C-S-H foi encontrado em menores aumentos de imagem, podendo-se relacionar esta ocorrência a maiores valores de resistência à compressão residual.

A mesma situação foi verificada por Yu, Weng e Yu (2014) que registraram uma elevação da resistência à compressão média em compósitos cimentícios expostos a 200 °C em até 32% comparada a resistência das amostras mantidas em temperatura ambiente. Os mesmos autores verificaram que, para a temperatura de 400 °C, a resistência média residual das mesmas amostras foram 6% superior à resistência inicial.

Rashad e Zeedan (2012) também registraram uma situação parecida ao submeterem pastas de cimento Portland a diferentes temperaturas. Os autores registraram valores de resistência à compressão residual em 200 °C até 20,26% superiores às resistências das amostras de referência.

O aumento de resistência residual pode ser parcialmente atribuído à evaporação da água do material associada a uma elevação da pressão interna (fenômeno da autoclavagem), sendo, portanto, relacionado a um processo de

hidratação adicional que ocorre durante a evaporação da água livre (RASHAD e ZEEDAN, 2012; YU; WENG; YU, 2014).

Além disso, a eliminação da água interlamelar do C-S-H, faz com que a distância entre suas camadas diminua, produzindo efeito contrário ao ocorrido em 150 °C, isto é, a aproximação das camadas do C-S-H, resultando em maiores forças de Van der Waals (RASHAD e ZEEDAN, 2012; NADEEM; MEMON; LO, 2013). Cabe ressaltar que o aumento da resistência residual foi mais expressivo nas amostras resfriadas bruscamente, o que sugere que nessa faixa de temperatura o regime de resfriamento brusco seja o mais adequado.

Na faixa de 300 °C a 600 °C, as argamassas mantidas em resfriamento escalonado mantiveram aproximadamente 2,8 MPa da resistência inicial enquanto as argamassas resfriadas bruscamente apresentaram resistências residuais de 13,0 MPa.

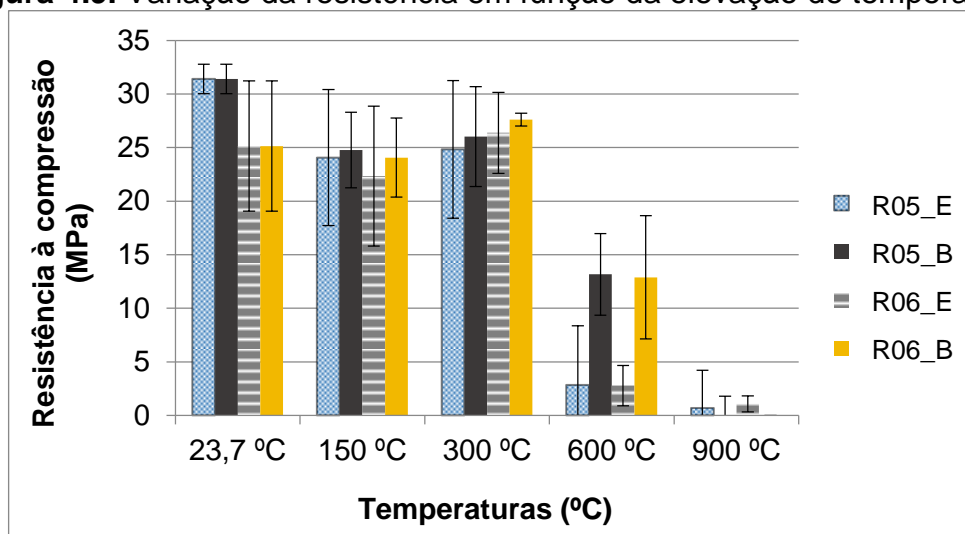
Lembra-se que uma diferença morfológica entre os cristais de CH foi verificada durante o ensaio de MEV, inclusive com a formação de DEF nas amostras resfriadas bruscamente, apontando diferenças significativas para os diferentes regimes de resfriamento. Acredita-se que esta ocorrência esteja relacionada a maior pressão no interior da argamassa aos 600 °C somada ao contato com a água de resfriamento, implicando em uma hidratação adicional da pasta de cimento.

A mesma tendência foi apontada por Yu, Weng e Yu (2014) que verificaram que a influência do regime de resfriamento nos compósitos cimentícios apresenta-se em dois momentos distintos, às temperaturas de 400 °C e 800 °C. Na primeira temperatura, os autores notaram que a resistência das amostras resfriadas bruscamente foram 15% inferiores daquelas resfriadas em regime escalonado. Já aos 800 °C os corpos de prova resfriados de forma brusca foram 86% mais resistentes que os demais.

Em 900 °C a resistência à compressão inicial foi praticamente perdida na maioria das amostras, não sendo possível avaliar os valores de resistência residual no caso de corpos de prova bruscamente resfriados em função da sua desintegração.

Os resultados de resistências residuais das argamassas foram graficados, conforme a Figura 4.9.

Figura 4.9. Variação da resistência em função da elevação de temperatura.



Fonte: O próprio Autor.

Percebe-se na Figura 4.9 que embora haja um decréscimo inicial dos valores a 150 °C, para ambos os tipos de resfriamento, a 300°C, todas as amostras obtiveram uma elevação nos valores residuais.

Para a maioria dos casos, com o resfriamento brusco obteve-se melhores resultados e isto fica mais evidente em 600 °C, em que as amostras resfriadas bruscamente foram aproximadamente 45% mais resistentes que aquelas resfriadas em regime escalonado. A exceção para esta ocorrência é registrada em 900 °C, uma vez que as amostras resfriadas em regime brusco se desintegraram total ou parcialmente, impossibilitando a comparação com as demais.

Uma vez que os valores de resistência residual para cada amostra foram obtidos, a sua análise estatística foi iniciada.

Essa análise foi inicialmente feita por ANOVA para verificar apenas a ocorrência, ou não, de diferença estatística significativa entre todas as temperaturas, em cada um dos regimes de resfriamento separadamente.

Uma vez que a diferença foi detectada entre as temperaturas, o pós-teste Tukey HSD foi realizado para descobrir em qual temperatura a resistência à compressão residual diferia significativamente das demais.

Por fim, o teste de hipótese com dados emparelhados foi realizado a fim de verificar a ocorrência, ou não, de diferenças estatísticas entre os regimes de resfriamento para cada uma das temperaturas. A ocorrência de diferença estatística foi considerada quando o p-valor for menor do que 5% (0,05).

A análise estatística para resistência à compressão residual é apresentada na Tabela 4.2.

Tabela 4.2. ANOVA aplicada aos resultados de resistência à compressão residual.

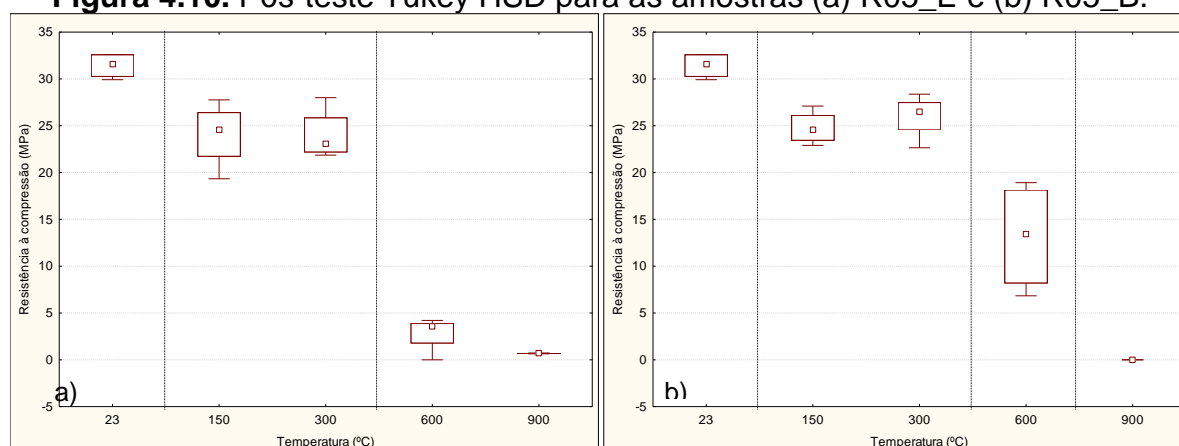
Amostra	SQ	Erro	GDL	MQ	Teste F	p-value	Diferença estatística
R05_E	3141,759	110,606	4	785,440	106,5178	0,000000	Significativa
R05_B	2527,140	136,497	4	631,785	69,4283	0,000000	Significativa
R06_E	2510,603	294,342	4	627,651	31,9857	0,000000	Significativa
R06_B	2121,634	252,081	4	530,408	31,5618	0,000000	Significativa

Fonte: O próprio Autor.

A análise de variância observada na Tabela 4.2 apontou diferença significativa em todas as amostras avaliadas nas elevadas temperaturas, independente do regime de resfriamento, indicando que em todos os casos há ao menos uma temperatura cuja resistência residual difere significativamente das demais.

A fim de descobrir em qual temperatura a resistência residual das amostras R05 se encontra a diferença estatística, o pós-teste Tukey HSD foi realizado como verificado Figura 4.10.

Figura 4.10. Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) R05_E e (b) R05_B.



Fonte: O próprio Autor.

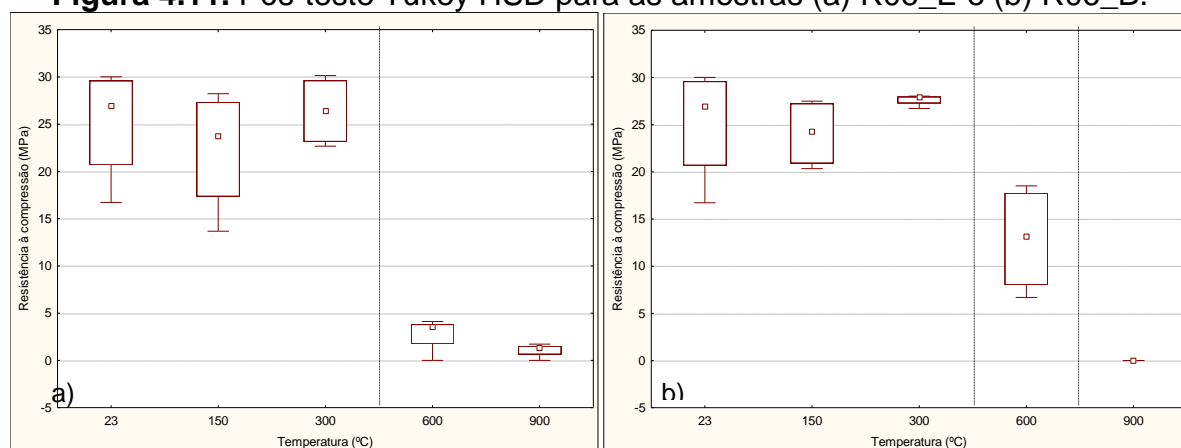
Observa-se pela Figura 4.10 que os valores de resistência à compressão residual das amostras R05 apresentam diferenças estatísticas à medida

que a temperatura se eleva independente do regime de resfriamento. No entanto, as resistências residuais em 150 °C e 300 °C não diferiram entre si.

Além disso, os valores residuais entre as temperaturas de 600 °C e 900 °C também não foram significativas apenas para as amostras resfriadas em regime escalonado.

O pós-teste Tukey HSD para as amostras R06 pode ser verificado na Figura 4.11.

Figura 4.11. Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) R06_E e (b) R06_B.



Fonte: O próprio Autor.

Verificou-se pela Figura 4.11, que a resistência residual em todas as argamassas R06 não apresentou diferença significativa até 300 °C.

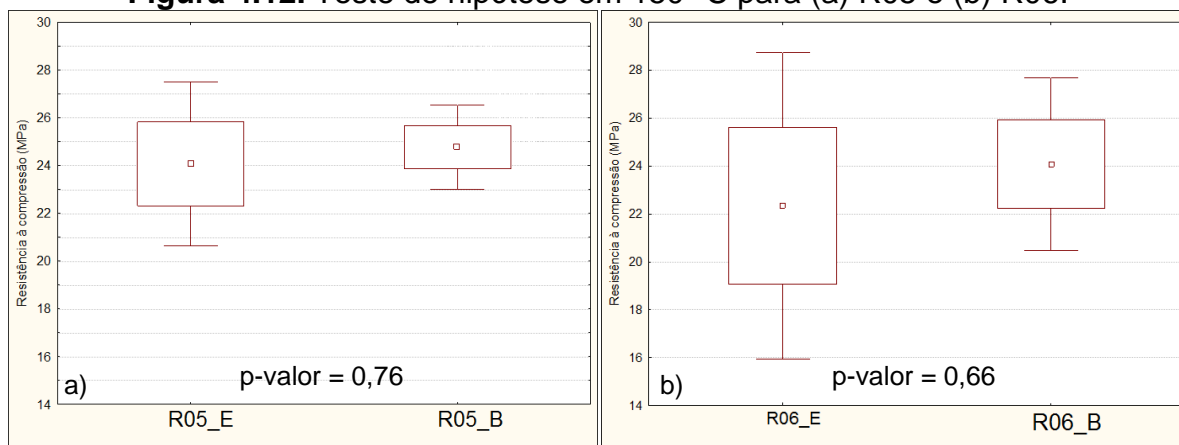
Os valores residuais das amostras submetidas a 600 °C diferem dos valores de referência (em 23,7 °C), assim, assume-se que os efeitos da elevação de temperatura sobre a resistência à compressão das argamassas passam a serem significativos a partir desta temperatura.

Cabe ressaltar que apenas para as amostras resfriadas em regime escalonado, os valores residuais em 600 °C não diferiram daqueles obtidos à temperatura de 900 °C.

Uma vez que foram verificadas diferenças entre as temperaturas, partiu-se para a análise dos regimes de resfriamentos, cujo objetivo foi verificar a ocorrência de diferenças estatísticas (com valor de $p < 0,05$) entre os regimes de resfriamento.

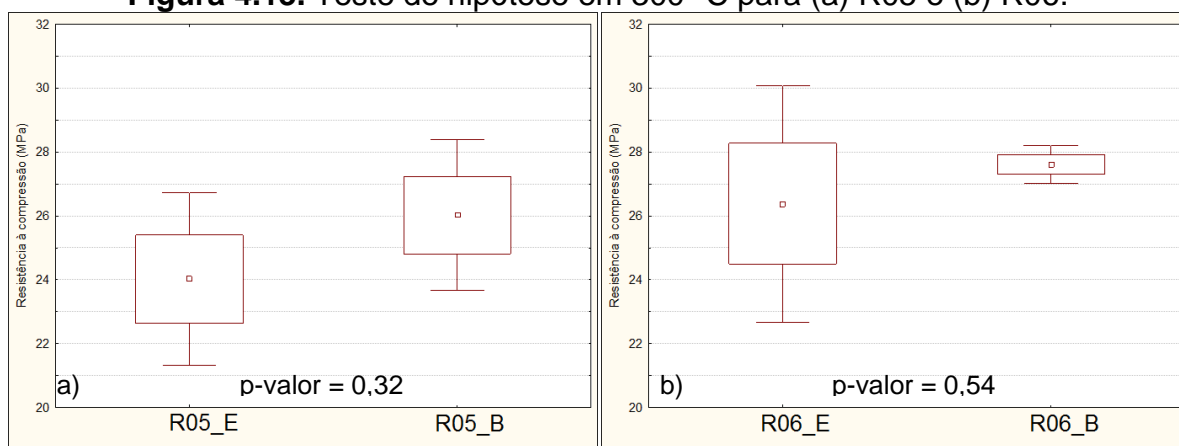
O teste de hipótese com dados emparelhados para as temperaturas de 150 °C e 300 °C pode ser visto nas Figuras 4.12 e 4.13.

Figura 4.12. Teste de hipótese em 150 °C para (a) R05 e (b) R06.



Fonte: O próprio Autor.

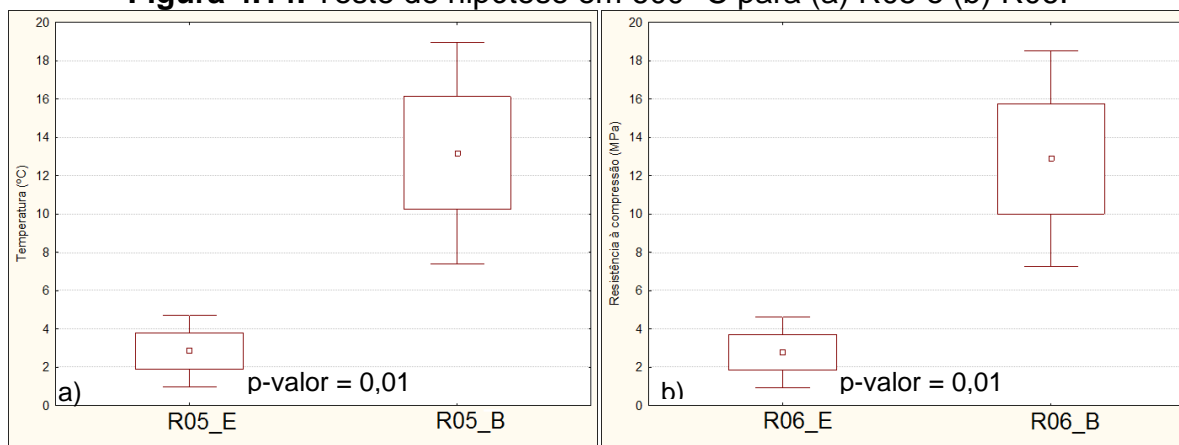
Figura 4.13. Teste de hipótese em 300 °C para (a) R05 e (b) R06.



Fonte: O próprio Autor.

Por meio do teste de hipótese, nas Figuras 4.12 e 4.13, pode-se verificar-se que os regimes de resfriamentos não diferem estatisticamente entre si para as temperaturas de 150 °C e 300 °C. Logo, assume-se que os diferentes resfriamentos não interferem no comportamento residual das que foram aquecidas a essas temperaturas.

O teste de hipótese realizado para a temperatura de 600 °C é apresentado na Figura 4.14.

Figura 4.14. Teste de hipótese em 600 °C para (a) R05 e (b) R06.

Fonte: O próprio Autor.

Observou-se nas que quando as temperaturas atingem 600 °C as diferenças entre os regimes de resfriamento para os valores de resistência à compressão residual passam a ser significativas independente de a/c.

A diferença entre os regimes de resfriamento para as amostras submetidas a 900 °C não puderam ser verificadas devido à desintegração das amostras em regime brusco.

4.1.2.2 Módulo de elasticidade dinâmico residual

Os resultados obtidos para o módulo de elasticidade dinâmico residual das argamassas são apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3. Módulo de elasticidade dinâmico residual.

		RESFRIAMENTO ESCALONADO (RE)				RESFRIAMENTO BRUSCO (RB)			
MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO RESIDUAL (GPa)									
T (°C)	R05_E	(%)	R06_E	(%)	R05_B	(%)	R06_B	(%)	
23,7	18,29	100	17,50	100	18,29	100	17,50	100	
150	17,56	96	16,48	88	18,27	100	16,86	92	
300	14,39	79	14,91	82	15,91	87	15,67	89	
600	0,62	3	3,20	18	11,90	65	13,55	77	
900	0,59	3	3,01	17	-	-	-	-	

Fonte: O próprio Autor.

Os resultados mostraram que as argamassas, independente da relação a/c, tiveram comportamentos parecidos ao longo da exposição às altas temperaturas. Nesse sentido, três intervalos podem ser caracterizados:

- o intervalo de 23,7 °C a 150 °C em que o módulo residual se mantém praticamente estável, com perdas pouco significativas;
- de 150 °C a 300 °C verifica-se uma diminuição do módulo de elasticidade residual mais representativa, embora não haja diferença significativa entre os regimes de resfriamento;
- de 600 °C a 900 °C em que as diferenças nos valores de módulo de elasticidade residual entre os regimes de resfriamento são mais acentuadas.

Esse comportamento é corroborado por Bamonte e Gambarova (2010). Os autores acreditam que, em temperaturas inferiores a 400 °C, o principal mecanismo para a diminuição do módulo de elasticidade seja a elevação da pressão interna causada pela evaporação da água livre nos poros capilares, o que explicaria as menores perdas até 300 °C.

A partir desta temperatura, a fissuração induzida pela incompatibilidade de movimentação térmica dos materiais (contração da pasta de cimento e expansão das partículas de areia) resulta em menores valores residuais de módulo de elasticidade (BAMONTE; GAMBAROVA, 2010).

Pontua-se que em 600 °C, as argamassas resfriadas em regime escalonado mantiveram entre 3% e 18% do módulo de elasticidade inicial enquanto as argamassas resfriadas bruscamente retiveram entre 65% e 77% para a mesma temperatura.

Essa diferença pode ser relacionada à morfologia das fases cristalinas verificada em 600 °C por MEV para os diferentes regimes de resfriamento. Nesse sentido, acredita-se que o regime de resfriamento brusco seja o mais adequado para a manutenibilidade do módulo de elasticidade nesta temperatura.

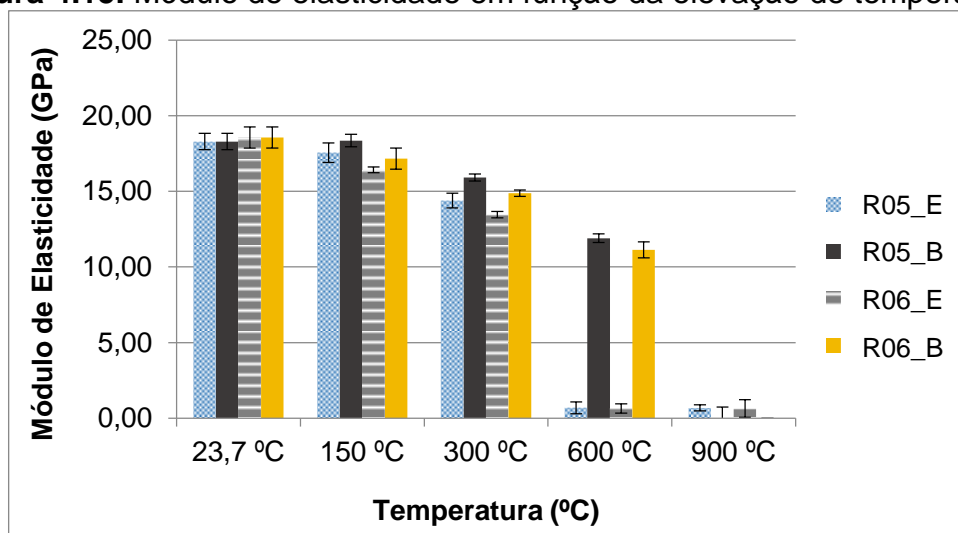
Aos 900 °C, as amostras submetidas a resfriamento escalonado mantiveram os valores de módulo registrados aos 600 °C, porém, as perdas foram totais para aquelas cujo resfriamento se deu em regime brusco.

Estes resultados assemelham-se aos encontrados por Cülfik e Özturan (2002). Em seu estudo, os autores observaram que, para argamassas comuns submetidas às elevadas temperaturas, o módulo de elasticidade residual a

300 °C foi cerca de 67% do valor registrado em temperatura ambiente. Já em 600 °C os valores obtidos foram de 10% a 12% do módulo inicial.

Os resultados de módulo de elasticidade dinâmico residual foram graficados, conforme a Figura 4.15.

Figura 4.15. Módulo de elasticidade em função da elevação de temperatura.



Fonte: O próprio Autor.

Notou-se pelo gráfico da Figura 4.15, que módulo de elasticidade em argamassas resfriadas bruscamente apresentou melhores resultados. Este comportamento é evidenciado em 600 °C.

A diferença dos módulos residuais em 600 °C pode ser relacionada à fratura dos cristais de CH percebida somente no caso das amostras resfriadas em regime escalonado e da posterior reidratação das fases decompostas, como verificado nas argamassas resfriadas bruscamente.

Como os cristais de CH tendem a desenvolver-se no interior dos poros e, quando reidratados, aumentam consideravelmente de tamanho, há possibilidade das amostras resfriadas bruscamente terem menor quantidade de vazios.

Em 900 °C as perdas nas argamassas foram tão representativas que não foi possível medir o módulo de elasticidade residual com precisão.

Verificados os valores de módulo residual nas diferentes temperaturas e regimes de resfriamento, procedeu-se a análise estatística que foi executada da mesma forma que na resistência à compressão residual.

A análise estatística do módulo de elasticidade é apresentada na Tabela 4.4.

Tabela 4.4. ANOVA aplicada aos resultados de módulo de elasticidade residual.

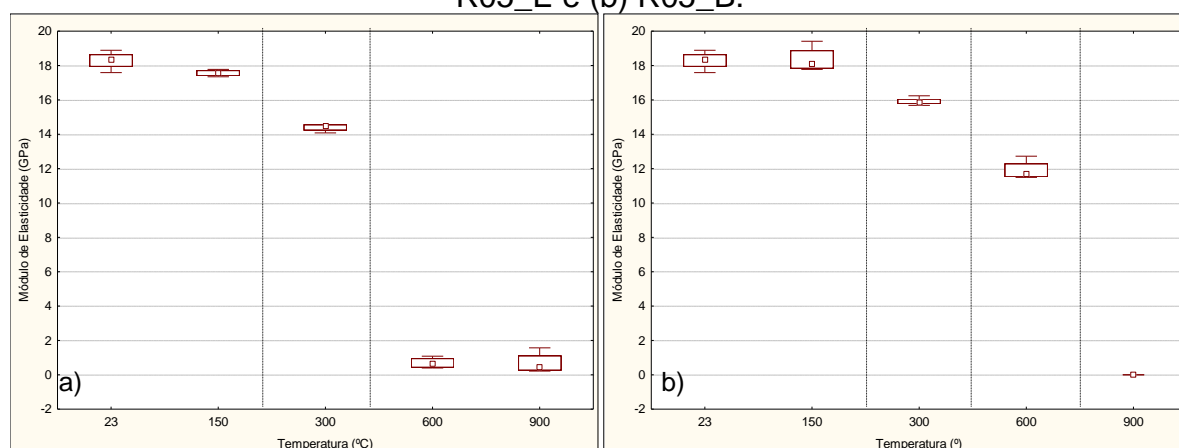
Amostra	SQ	Erro	GDL	MQ	Teste F	p-value	Diferença estatística
R05_E	2131,367	2,591	1	2131,367	12336,44	0,000000	Significativa
R05_B	3323,155	3,673	1	3323,155	13570,49	0,000000	Significativa
R06_E	1978,788	2,956	1	1978,788	10037,93	0,000000	Significativa
R06_B	3049,369	3,903	1	3049,369	11718,64	0,000000	Significativa

Fonte: O próprio Autor.

A ANOVA da Tabela 4.4 apontou diferença entre as temperaturas, independente do regime de resfriamento. Pode-se dizer que os valores iniciais de módulo de elasticidade das argamassas sofreram variações consideráveis em pelo menos uma das temperaturas ensaiadas.

Assim, o pós-teste Tukey HSD foi realizado para todas as temperaturas, para cada argamassa e regime de resfriamento separadamente, com finalidade de descobrir em qual temperatura o módulo residual difere das demais, conforme Figura 4.16.

Figura 4.16. Pós-teste Tukey HSD para o módulo de elasticidade residual de (a) R05_E e (b) R05_B.



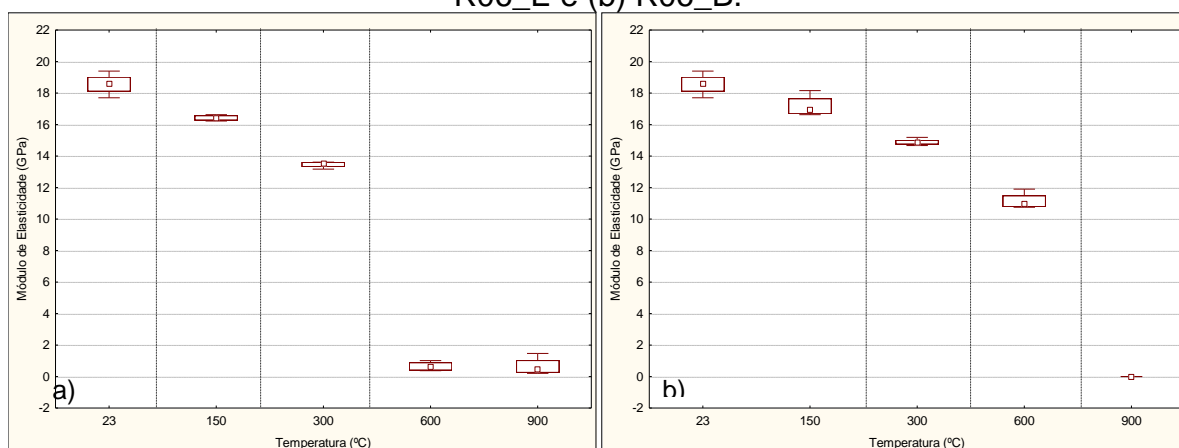
Fonte: O próprio Autor.

Os resultados da Figura 4.16 mostram que, para as argamassas R05, independente do regime de resfriamento, o efeito das temperaturas sobre o

módulo de elasticidade residual só é significativo a partir de 300 °C. Além disso, deve-se pontuar que entre 600 °C e 900 °C apenas as argamassas resfriadas bruscamente diferem entre si.

O pós-teste Tukey HSD para as argamassas R06 é apresentado na Figura 4.17.

Figura 4.17. Pós-teste Tukey HSD para o módulo de elasticidade residual de (a) R06_E e (b) R06_B.

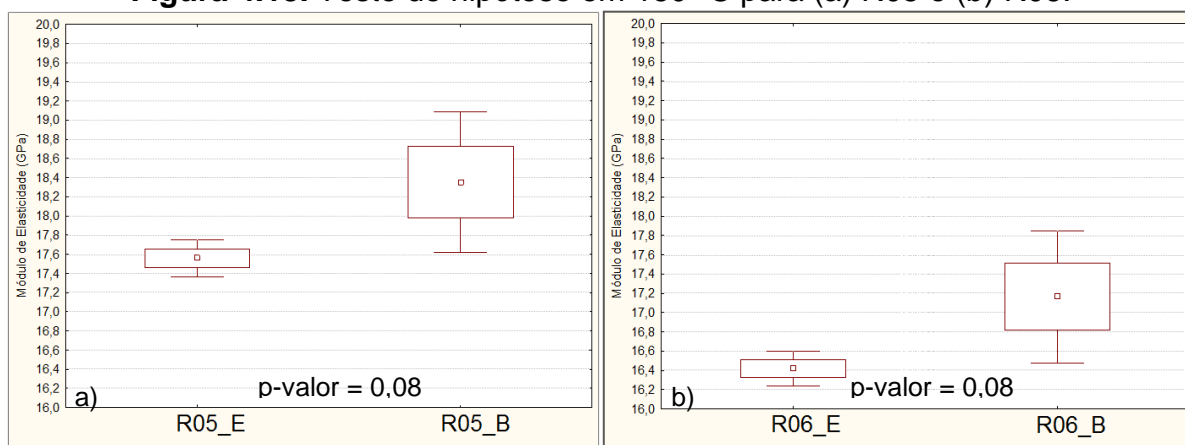


Fonte: O próprio Autor.

Quanto às argamassas R06, Figura 4.17, verifica-se que, quando estas foram resfriadas em regime escalonado os valores residuais de módulo de elasticidade diferem estatisticamente nas elevadas temperaturas, porém, entre 600 °C e 900 °C essa diferença não foi registrada. Para as amostras submetidas ao regime de resfriamento brusco, as diferenças estatísticas foram detectadas a partir de 150 °C.

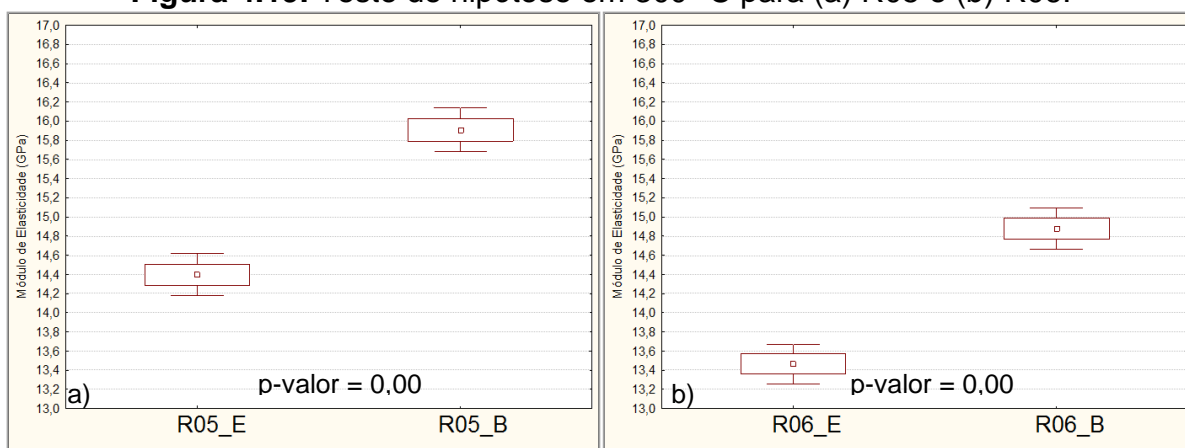
Os testes de hipótese para o módulo de elasticidade residual das argamassas em 150 °C e 300 °C podem ser vistos nas Figuras 4.18 e 4.19.

Figura 4.18. Teste de hipótese em 150 °C para (a) R05 e (b) R06.



Fonte: O próprio Autor.

Figura 4.19. Teste de hipótese em 300 °C para (a) R05 e (b) R06.

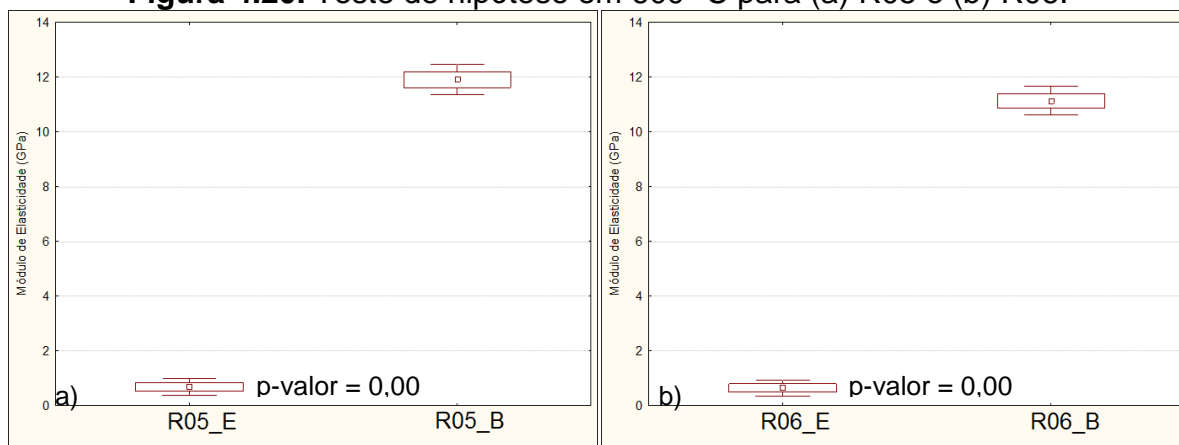


Fonte: O próprio Autor.

Por meio do teste de hipóteses verificou-se que os regimes de resfriamento não diferem entre si para argamassas que foram submetidas a 150 °C, sendo as diferenças entre os regimes de resfriamento significativas somente a partir de 300 °C.

O teste de hipóteses para as argamassas que foram submetidas a 600 °C e resfriadas nos dois regimes, escalonado e brusco, é apresentado na Figura 4.20.

Figura 4.20. Teste de hipótese em 600 °C para (a) R05 e (b) R06.



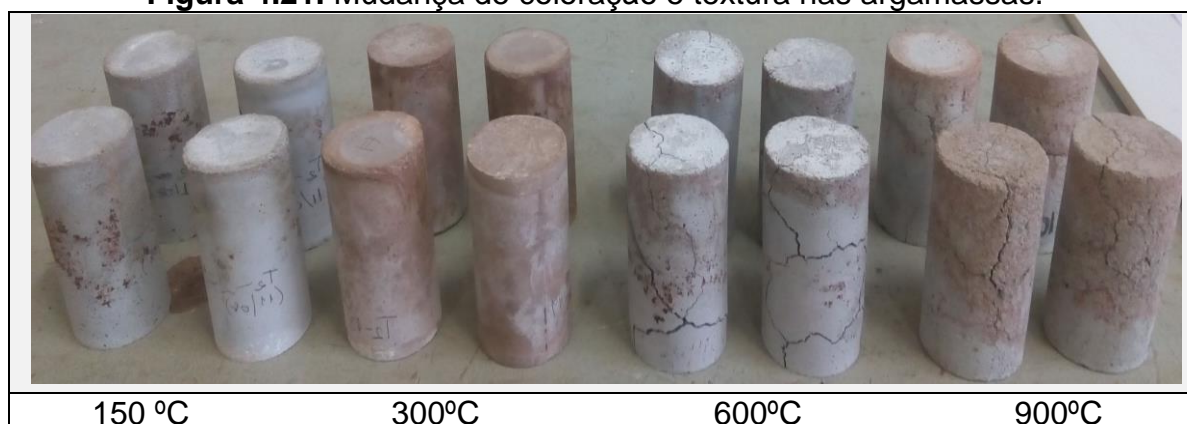
Fonte: O próprio Autor.

Observou-se que quando a temperatura atinge 600 °C, tanto para R05 quanto para R06, as diferenças entre os regimes de resfriamento para os valores residuais de módulo de elasticidade passam a ser significativas. As amostras submetidas a 900 °C não puderam ser verificadas devido à desintegração das amostras em regime brusco.

4.1.2.3 Mudança da coloração

Verificou-se que, em certos patamares, as argamassas apresentaram alterações de cor e textura. Como visto na Figura 4.21.

Figura 4.21. Mudança de coloração e textura nas argamassas.



Fonte: O próprio Autor.

A análise de cor e textura das argamassas se deu por inspeção visual, sendo registradas as seguintes condições:

- em 150 °C não foram verificadas alterações de cor e textura das amostras;

- em 300 °C as pastas nas argamassas adquiriram tons avermelhados;
- para o intervalo de 600 a 900 °C, a pasta adquiriu um aspecto cinza esbranquiçado enquanto que as partículas de agregado passaram a ter tons avermelhados.

A mudança de cor para vermelho é predominante em materiais siliciosos e menos proeminente nos agregados calcários. Na maioria dos casos, a cor da areia muda de castanho amarelado para marrom avermelhado próximo aos 250 °C. Isto se deve à oxidação do teor de ferro (goetita, magnetita ou hematita) da areia. (GOFORTH *et al.*, 2005; ZIHMS *et al.*, 2013).

A mudança de cor por si só não é indicador de potenciais mudanças no comportamento do agregado (GOFORTH *et al.*, 2005; ZIHMS *et al.*, 2013), não sendo possível associá-la à diminuição de resistência das amostras.

A fissuração das argamassas ficou mais evidente aos 600 °C e 900 °C. Para este último patamar, a superfície das amostras passou de lisa à rugosa, adquirindo aspecto pulverulento. Ressalta-se ainda, que as mudanças de coloração e textura aconteceram independentemente do regime de resfriamento, sendo as alterações, portanto, relacionadas exclusivamente à exposição ao calor.

4.1.2.4 Considerações da Campanha Experimental I

A investigação da Campanha Experimental I foi conduzida de modo que se verificasse o efeito das elevadas temperaturas em argamassas com diferentes relações a/c e resfriadas segundo dois regimes, o escalonado e o brusco.

Em escala microestrutural, o ensaio de MEV registrou a presença ou a ausência das fases cristalinas nas amostras à medida que as temperaturas se elevaram. Quanto à avaliação do material a nível macroestrutural, buscou-se verificar os efeitos das temperaturas e dos regimes de resfriamento nas propriedades mecânicas residuais. Desta forma, pôde-se chegar a algumas considerações:

De 23,7 °C a 150 °C, a microestrutura é pouco afetada, sendo que os cristais presentes em temperatura ambiente também foram encontrados aos 150 °C. Em escala macroestrutural, verificou-se uma diminuição pouco representativa dos valores residuais de resistência à compressão e módulo de elasticidade.

Entre 150 °C e 300 °C o C-S-H foi encontrado em menores aumentos de escala, provavelmente decorrente do efeito de autoclavagem interna que contribuiu para uma hidratação adicional da argamassa. Como consequência em escala macroestrutural, um acréscimo de resistência mecânica foi registrado em todas as amostras.

Na faixa compreendida entre 300 °C e 600 °C, uma diferença morfológica do CH foi percebida nos regimes de resfriamento. Os cristais das amostras em regime escalonado pareciam estar fraturados enquanto as mesmas estruturas encontradas nas amostras resfriadas bruscamente pareciam estar mais bem definidas, além disso, apenas nestas amostras, a etringita foi recuperada.

Cabe pontuar que aos 600 °C a resistência à compressão das amostras resfriadas bruscamente foi até 40% superior às demais. Acredita-se que a recuperação dos cristais também possa ter contribuído para esta situação.

Aos 900 °C nenhum dos cristais foi encontrado nas amostras resfriadas em regime escalonado enquanto que, nas amostras resfriadas bruscamente, os cristais de AFt e CH foram percebidos com maior facilidade, sugerindo, portanto, diferença entre os regimes de resfriamento em escala microestrutural. Em escala macroestrutural, as propriedades residuais foram praticamente perdidas.

Registrou-se ainda alteração na coloração das amostras, independente do regime de resfriamento.

Por fim, a formação de nova estrutura somente aos 900 °C apenas nas amostras com $a/c = 0,5$ e resfriadas bruscamente (R05_B) foi registrada. Acredita-se que o aparecimento desses cristais esteja relacionado à fusão dos agregados, à decomposição das fases hidratadas e à combinação desses compostos por choque térmico em contato com a água de resfriamento.

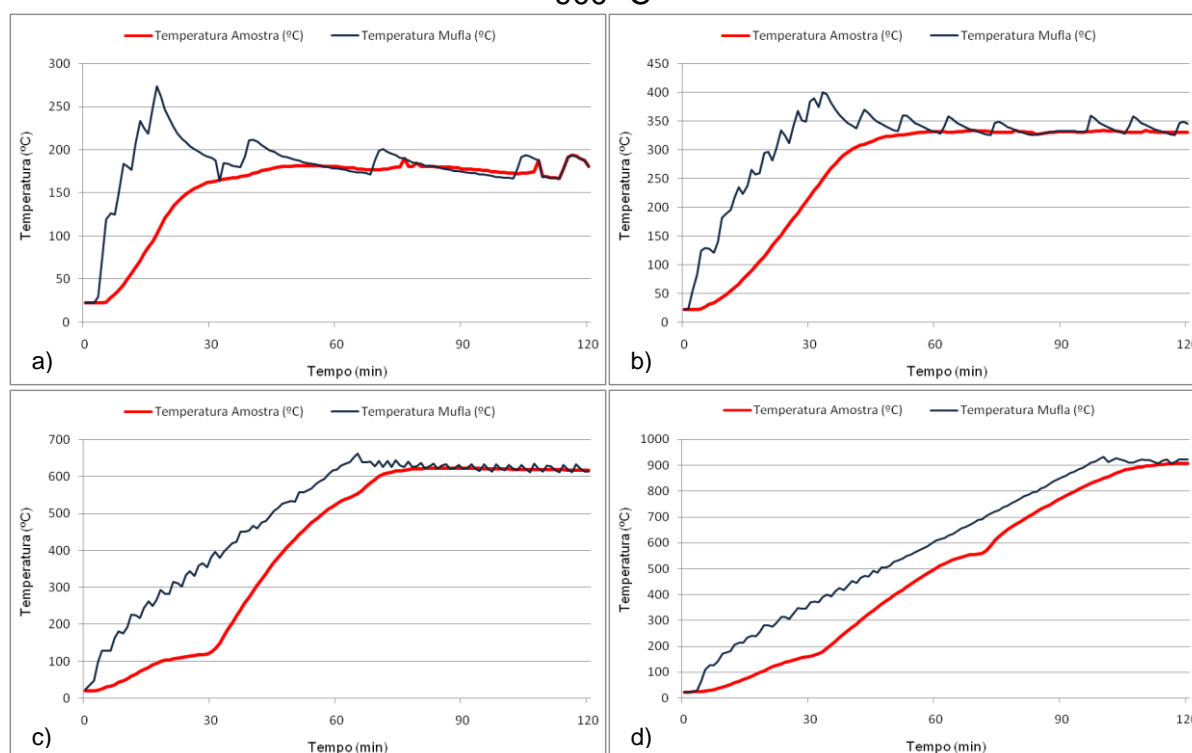
4.2 Campanha Experimental II

A segunda Campanha Experimental teve como objetivo registrar as temperaturas no interior da argamassa e da mufla simultaneamente. Para isso, termopares do tipo k foram inseridos nas argamassas ainda em estado fresco a 5 cm de profundidade. Os ensaios foram realizados uma vez para cada uma das temperaturas fixadas, ou seja, 150, 300, 600 e 900 °C.

As leituras das temperaturas registradas pelos termopares foram coletadas por um sistema de aquisição de dados DataLoggers LogBox a partir do qual foi possível criar as curvas de evolução temperatura x tempo, o que permitiu o monitoramento de temperatura e a estimativa de tempo para o atendimento do equilíbrio térmico entre interior da mufla e do material em cada patamar de ensaio.

As curvas de evolução temperatura x tempo para as temperaturas de ensaio são apresentadas na Figura 4.22.

Figura 4.22. Curvas temperatura x tempo para (a) 150 °C, (b) 300 °C, (c) 600 °C, (d) 900 °C



Fonte: O próprio Autor.

É possível notar que a evolução da temperatura no interior da mufla oscila não somente à medida que a temperatura se eleva, mas também depois do patamar de ensaio ter sido alcançado, isso ocorre porque a mufla tende a ligar-se e desligar-se para a manutenção das temperaturas fixadas.

Notou-se ainda que a variação da temperatura no interior do equipamento foi mais acentuada nos dois primeiros patamares, isto é, em 150 °C e 300 °C. Acredita-se essa oscilação seja maior nessas temperaturas, pois nestes casos o calor ainda não se distribuiu de forma homogênea em todo o interior da

mufla. Essa hipótese é reforçada pelo fato das duas outras curvas não terem apresentado oscilação tão expressiva.

Verificou-se a ocorrência de um atraso no aquecimento do interior da mufla em relação ao indicado pelos termopares. De modo geral, em quanto o painel do equipamento indicava uma evolução de temperatura à velocidade de 9°C/min, os termopares registravam velocidades que variavam entre 9,1 °C/min e 27,6 °C/min.

Cabe ressaltar que o termopar da mufla está localizado atrás de uma proteção de material cerâmico refratário. Assim, uma possível justificativa para essa diferença de temperaturas seja a localização destes termopares e, não fossem os termopares ao centro, a real temperatura no interior da mufla poderia ter sido mascarada pelo termopar do equipamento.

Uma vez que foram determinados os tempos necessários para atendimento do equilíbrio térmico em cada uma das temperaturas, o *steadystate*, as amostras permaneceram por um tempo adicional de 60 minutos nesta condição, seguindo os mesmos procedimentos estipulados na Campanha Experimental I.

Assim, um ajuste do procedimento inicial de aquecimento foi determinado conforme observado na Tabela 4.5.

Tabela 4.5. Ajuste do procedimento de tempo de aquecimento.

Programa (°C)	Taxa de Aquecimento (°C/min)	Temperatura do interior damufla (°C)	Tempo para atingir o <i>steadystate</i> (h:min)	Tempo para retirada (h:min)
150	9	150	00:27	01:27
300	9	300	00:43	01:43
600	9	600	01:20	02:20
900	9	900	02:00	03:00

Fonte: O próprio Autor.

A partir do ajuste do procedimento de aquecimento, os ensaios programados para a terceira Campanha Experimental puderam ser iniciados.

4.2.1.1 Considerações da Campanha Experimental II

Na Segunda Campanha Experimental buscou-se monitorar as temperaturas no interior das argamassas e da mufla simultaneamente, de modo que se identificasse o ponto de equilíbrio térmico, chamado de *steadystate*.

A imersão dos termopares do tipo K no interior das amostras em estado fresco permitiu estimar o tempo necessário para atendimento do equilíbrio térmico durante o ensaio de aquecimento e a calibração dos tempos adotados na Campanha Experimental I.

Verificou-se ainda que, embora a taxa de velocidade de aquecimento da mufla não seja constante, os tempos fixados na Campanha Experimental I atendiam a condição do equilíbrio térmico, sendo necessários apenas pequenos ajustes.

4.3 Campanha Experimental III

A terceira Campanha Experimental foi realizada para avaliar a influência das elevadas temperaturas na micro e na macroestrutura das argamassas e também da adição dos finos de basalto como medida para reduzir os efeitos das temperaturas sobre as propriedades mecânicas residuais.

Para isso, o traço mais sensível às altas temperaturas entre aqueles utilizados na primeira Campanha Experimental, R05, foi reproduzido e desta vez os finos de basalto também foram incorporados às argamassas em substituição parcial aos materiais secos. O teor adotado para a incorporação do material foi de 15%. Este valor foi obtido do trabalho de conclusão de curso do graduado Osvaldo Schiavon, do curso de Engenharia civil da Universidade Estadual de Londrina – UEL.

Os corpos de prova cilíndricos de dimensões (20x40) mm foram utilizados para a avaliação microestrutural e de (50x100) mm, para verificação da influência da adição em escala macroestrutural. A mistura se deu conforme recomendações da NBR 5738:2015.

4.3.1 Alterações microestruturais

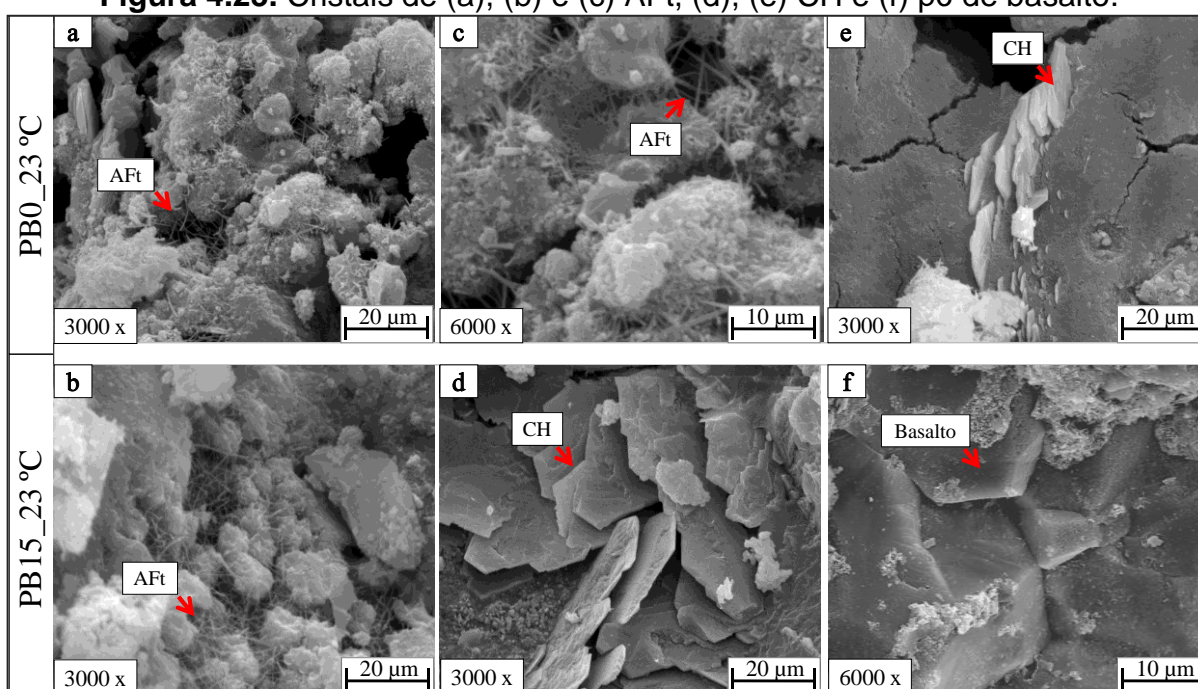
O objetivo da avaliação microestrutural foi de detectar a presença ou ausência dos produtos de hidratação nas argamassas ensaiadas, verificar o efeito das elevadas temperaturas sobre a sua porosidade (quantidade, tamanhos e distribuição), além de detectar os picos de perda de massa relacionados à decomposição das fases cristalinas.

4.3.1.1 Decomposição dos produtos de hidratação.

As micrografias obtidas por ensaio de MEV possibilitaram registrar os cristais de AFt, CH e C-S-H e os seus processos de desidratação, decomposição e de possível reidratação de algumas fases cristalinas das amostras como consequência da exposição às elevadas temperaturas e do regime de resfriamento.

As micrografias das amostras de referência são vistas na Figura 4.23.

Figura 4.23. Cristais de (a), (b) e (c) AFt, (d), (e) CH e (f) pó de basalto.



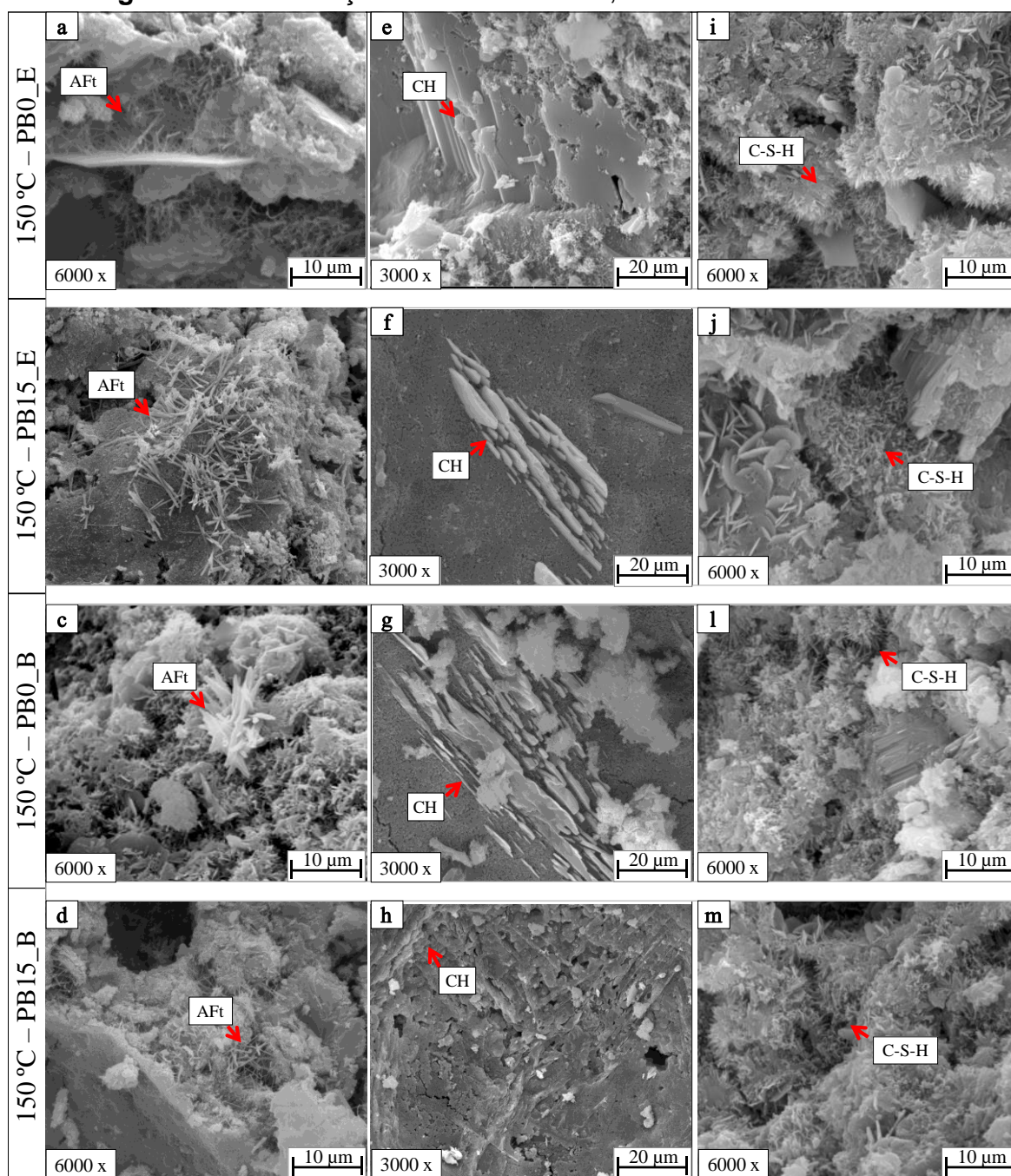
Fonte: O próprio Autor.

Pode-se observar na Figura 4.23 que as amostras mantidas em temperatura ambiente continham os cristais de AFt e CH, porém, os cristais de C-S-H não foram detectados para os aumentos de imagem escolhidos. A mesma situação foi verificada na Campanha Experimental I.

Cabe lembrar que, em temperatura ambiente, o C-S-H é dotado de uma variedade morfológica que torna a sua caracterização uma tarefa difícil e que a não detecção desta fase em 23,7 °C não significa a sua ausência.

As estruturas verificadas nas amostras que foram submetidas a 150 °C estão visualizadas na Figura 4.24.

Figura 4.24. Presença dos cristais de AFt, CH e C-S-H aos 150 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Notou-se por meio das micrografias da Figura 4.24 que a etringita se manteve presente em todas as amostras, repetindo o mesmo ocorrido na Campanha Experimental I.

Como a AFt é, geralmente, instável antes que se alcance os 100 °C, acredita-se que os teores de sulfato do cimento utilizado somado a possibilidade de etringita tardia (DEF) tenham contribuído para a detecção desta fase aos 150 °C.

Nesse sentido, cabe pontuar que a formação da DEF está diretamente relacionada aos teores de C_3A e SO_3 presentes no cimento e que, de acordo com a NBR 5733:1991, os teores de C_3AeSO_3 para o cimento Portland CPV-ARI variam entre 8% e 3,5 - 4,5% respectivamente.

Ressalta-se ainda, que a finura do cimento também possui um papel importante no processo de formação de etringita secundária. Assim, os cimentos com alta resistência inicial são mais susceptíveis a formação de DEF.

No que se refere ao CH não foram percebidas alterações significativas, de modo que não se pode associar a temperatura de 150 °C ao processo de desidratação desta fase.

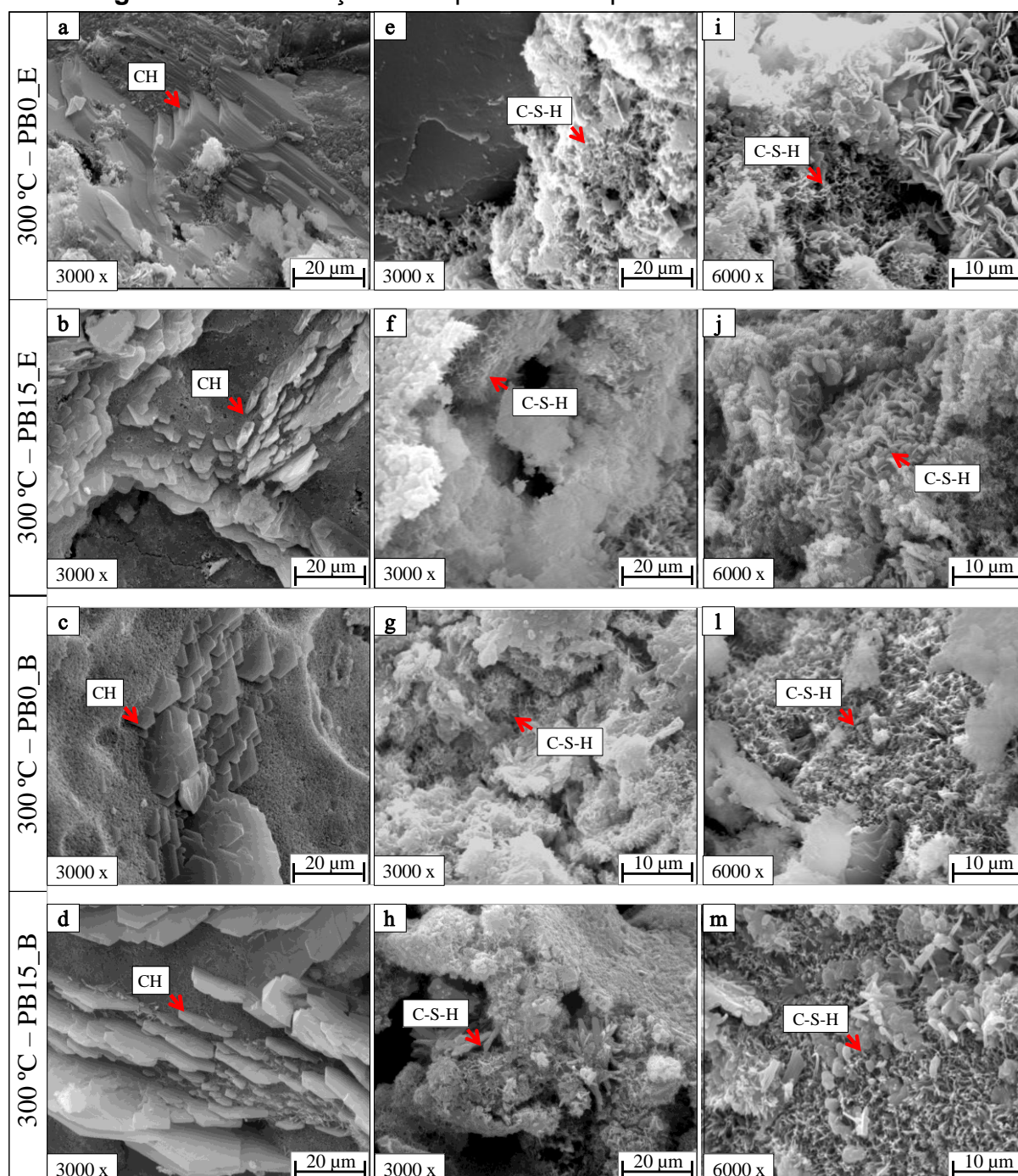
Cabe mencionar que, assim como na Campanha Experimental I, a fase de C-S-H que não havia sido verificada em temperatura ambiente foi detectada para as amostras aquecidas em 150 °C, independente do regime de resfriamento.

As temperaturas acima de 110 °C em pastas com cimentos cuja relação CaO/SiO_2 seja próxima de 1,5, como o CPV-ARI, induzem a formação de novos cristais de C-S-H, embora estes apresentem uma estrutura cristalina mais fragilizada (CASTELLOTE *et al.* 2004, apud LIMA, 2005). O que poderia justificar a presença desta fase.

Além disso, não se pode descartar a formação adicional de C-S-H que acompanha o processo de DEF, uma vez que os íons de sulfato e aluminado precipitados durante a formação da DEF são facilmente adsorvidos pelo C-S-H.

Na Figura 4.25 são apresentados os resultados de ensaio da microscopia das argamassas aquecidas a 300 °C.

Figura 4.25. Presença de CH próximo aos poros e C-S-H aos 300 °C.



Fonte: O próprio Autor.

As fases de CH e C-S-H foram registradas à temperatura de 300 °C, Figura 4.25, para todas as amostras independente do regime de resfriamento, porém, as regiões com C-S-H foram percebidas com menores aumentos de imagem quando comparadas às temperaturas anteriores.

Registre-se que em todas as amostras as estruturas de AFt não foram encontradas, assim como ocorrido na Campanha Experimental I.

Acredita-se que a decomposição da AFt a partir de 150 °C tenha contribuído para a maior concentração da fase de C-S-H, conseqüentemente em escala macroestrutural, a resistência à compressão nessa faixa de temperatura deve apresentar maiores valores residuais.

Uma vez que a AFt é decomposta, os íons de sulfato e aluminato proveniente dessa fase permanecem em solução, podendo ser armazenada na fase de C-S-H.

Outro fator que pode ter contribuído para o aparente acréscimo de C-S-H é a condição de autoclavagem interna, isto é, á combinação de elevada temperatura, vapor confinado nos poros e conseqüente acréscimo de pressão interna, que seria responsável por uma hidratação adicional da pasta de cimento.

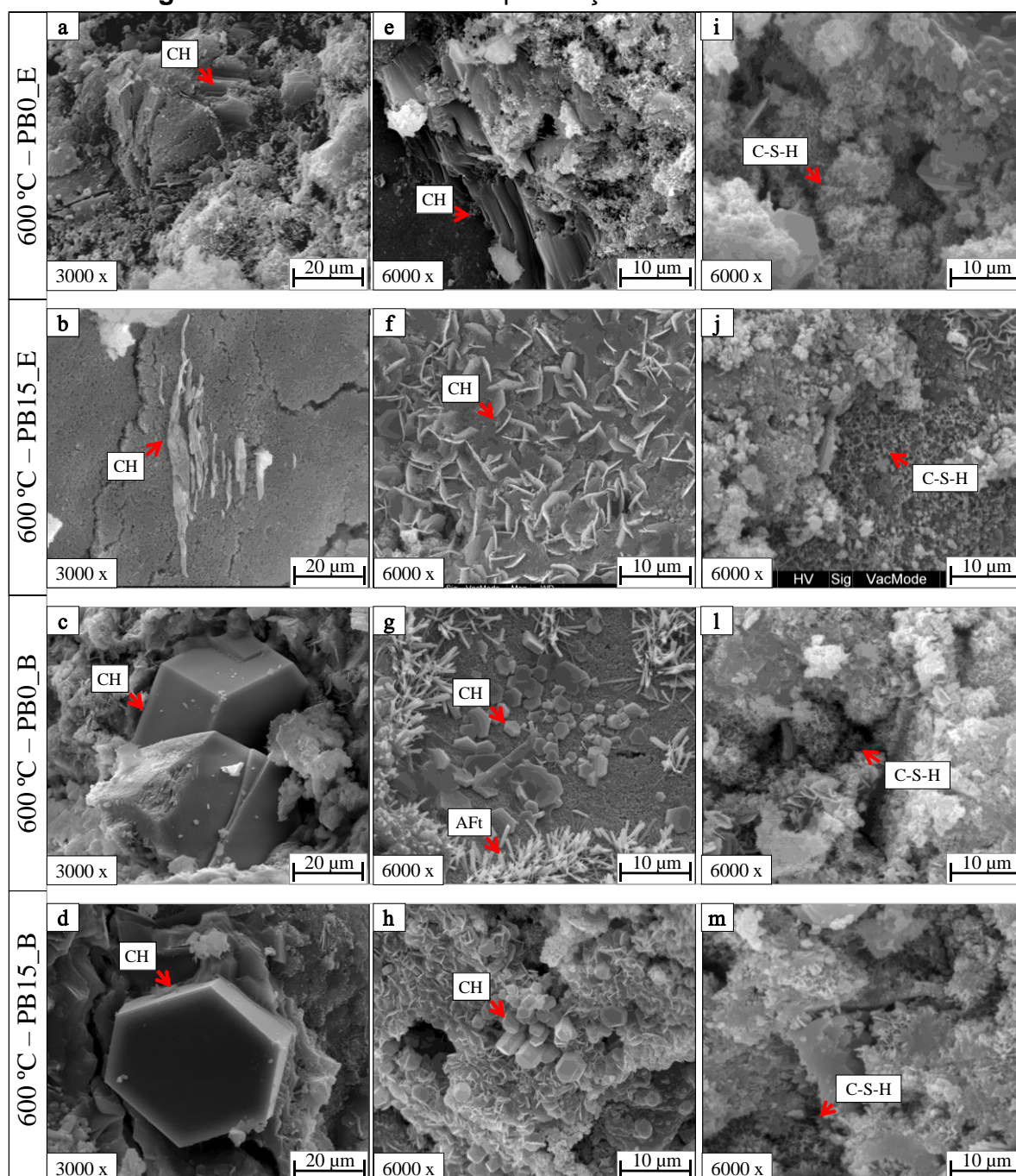
Esta condição é corroborada por Tutikian, Isaia e Helene (2011), que explicam que o vapor das moléculas de água ocupa mais espaço interno da pasta de cimento e uma vez que esse vapor é confinado pelos poros ocorre um aumento de tensão interna nos concretos que pode chegar a 8 MPa.

Além disso, o resfriamento brusco (submersão em água corrente) também pode ter contribuído para a hidratação adicional da pasta das amostras.

Ressalta-se que a ocorrência de novas fases até 300 °C não foram também observadas.

Os cristais presentes nas amostras aquecidas a 600 °C podem ser vistos na Figura 4.26.

Figura 4.26. Cristais de CH e presença de C-S-H aos 600 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Verificou-se na Figura 4.26 que os cristais de CH das amostras resfriadas em regime escalonado aparentam estar fraturados enquanto aquelas cujo resfriamento se deu em regime brusco apresentam estruturas bem definidas.

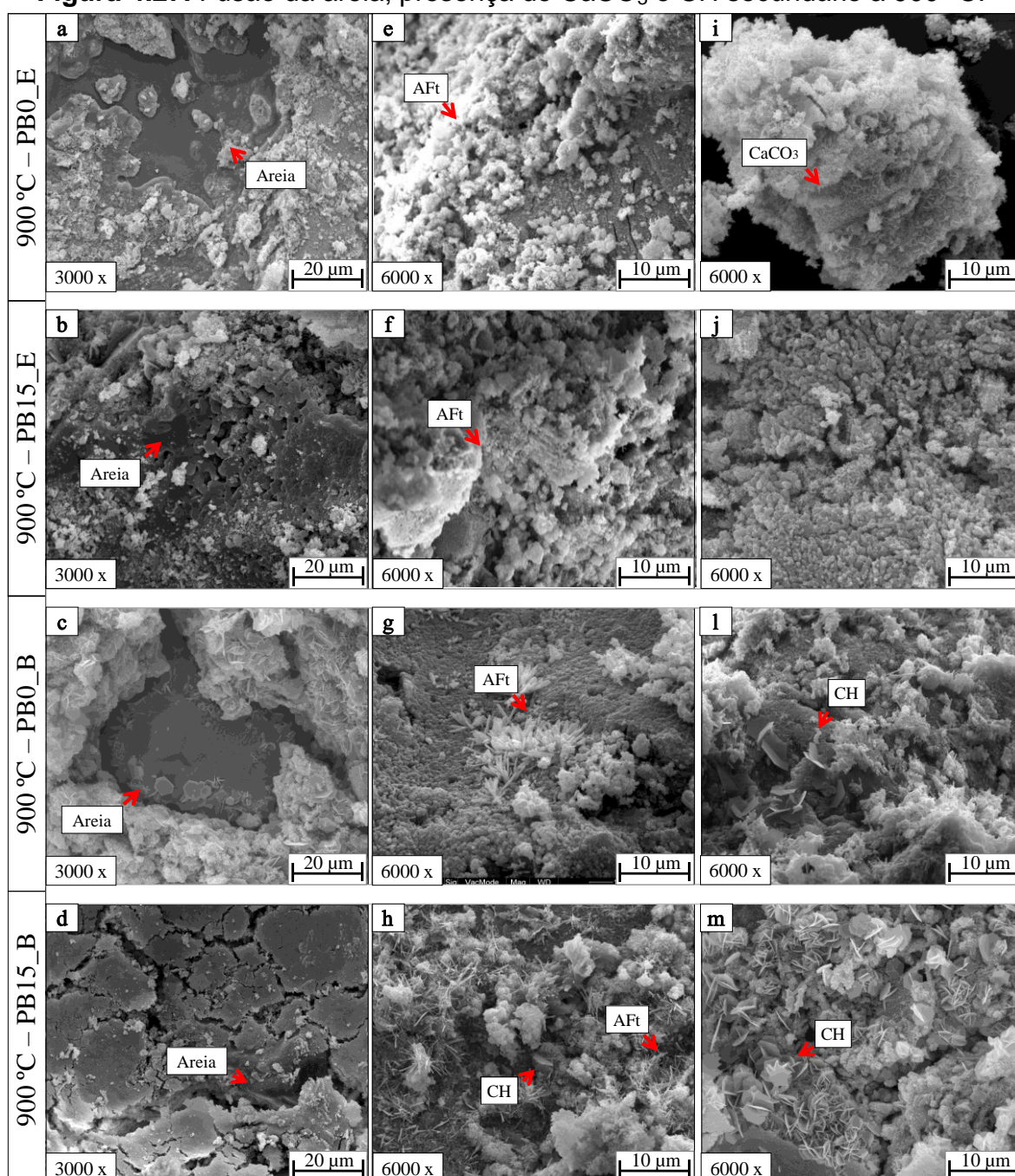
Acredita-se que essa diferença morfológica entre as amostras se deve ao fato de que o CH reidrata-se ao contato com a água de resfriamento, no caso das argamassas que foram resfriadas em regime brusco.

Além disso, os cristais de AFt que já haviam sido decompostos em temperaturas interiores foram identificados apenas em amostras resfriadas em regime brusco, reforçando a ideia de reidratação.

Em todas as amostras foram identificadas áreas com formação de C-S-H apenas em aumentos de 6000 vezes, sugerindo desidratação desta fase aos 600 °C, assim como verificado na Campanha Experimental I.

As estruturas das amostras em 900 °C são expostas na Figura 4.27.

Figura 4.27. Fusão da areia; presença de CaCO_3 e CH secundário a 900 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Assim como verificado na Campanha Experimental I, verificou-se nas imagens da Figura 4.27 que todas as fases inicialmente presentes nas amostras se fizeram ausentes aos 900 °C para as argamassas resfriadas em regime escalonado, independente da adição de pó de basalto. Apenas nas argamassas resfriadas em regime brusco as fases de AFt e CH foram observadas.

Como os processos de deterioração dos produtos de hidratação da pasta haviam sido registrados em temperaturas inferiores, acredita-se que a presença de AFt e CH seja resultante da reidratação da pasta ao contato com a água de resfriamento.

Cabe pontuar que, segundo Rashad e Zeedan (2012), os processos de desidratação e decomposição dos cristais da pasta são completados até 800 °C, reforçando a ideia de reidratação no caso das amostras resfriadas bruscamente.

Ainda de acordo com Lima (2005), a fusão total das fases cristalinas na pasta ocorre no intervalo de 800 °C a 1100 °C, sendo todas as fases passíveis de reidratar-se por contato com a água de resfriamento.

Quanto ao agregado, assim como registrado anteriormente, o início do processo de fusão das partículas de areia foi verificado na Figura 4.27, de (a) a (d), em todas as amostras.

Percebe-se que a areia, ao mudar para a fase líquida, flui pela pasta preenchendo espaços vazios e, uma vez que a argamassa é resfriada, as partículas derretidas parecem deformadas.

4.3.1.2 Alteração da porosidade

O objetivo desta etapa foi verificar a alteração das porosidades fechada, aberta e total das amostras frente à elevação de temperatura. Assim, o percentual do volume de vazios, a distribuição de tamanho de poros e o perfil de porosidade das argamassas de (20x40) mm e com 28 dias de idade foram avaliados.

Para este ensaio apenas o regime de resfriamento escalonado foi estudado, tendo em vista que o resfriamento brusco poderia danificar as amostras com as dimensões adotadas.

Destaca-se ainda que as amostras com 15% de pó de basalto, PB15, não foram analisadas devido à desagregação parcial destas. Logo, para o ensaio de microtomografia apenas as amostras PB0 foram ensaiadas.

As amostras de (20x40) mm foram submetidas aos patamares de temperatura fixados em 150, 300, 600, e 900 °C e posteriormente avaliadas por meio de equipamento SKYCAN 1172 – μ -CT, do Laboratório de Física Nuclear do Departamento de Física da UEL.

Para o ensaio, cada amostra foi submetida a sucessivas análises por difração de Raios X em fatias transversais das amostras, a cada 17 μ m de profundidade.

Os resultados do ensaio de microtomografia podem ser verificados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6. Quantificação da porosidade das amostras obtida por microtomografia.

Descrição		Temperaturas (°C)				
		23,7 n = 5	150 n = 3	300 n = 3	600 n = 3	900 n = 3
3D	Volume total (mm ³)	4716,03	6699,04	6118,18	6042,58	6695,16
	Volume de poros (mm ³)	165,67	315,13	241,38	392,03	454,12
	Volume percentual poros (%)	3,53	4,79	3,91	6,49	6,56
2D	Porosidade Fechada (%)	3,12	4,51	3,73	5,59	6,10
	Porosidade Aberta (%)	0,20	0,23	0,16	0,32	0,45
	Porosidade Total (%)	3,31	4,73	3,89	5,90	6,52

Fonte: O próprio Autor.

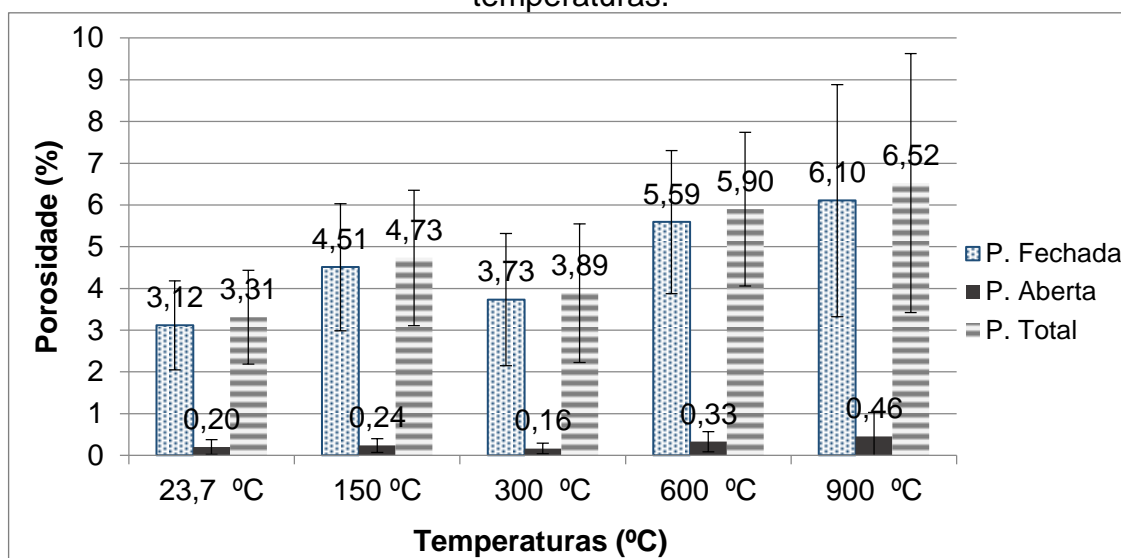
Os resultados da Tabela 4.6 confirmam a hipótese de que a porosidade das argamassas é influenciada pela exposição às elevadas temperaturas. Percebe-se, no entanto que essa influencia pode tanto ser negativa quanto positiva. Nesse sentido cita-se particularmente a temperatura de 300 °C. A esta temperatura é possível notar que a porosidade, anteriormente aumentada aos 150 °C é reduzida a valores próximos daqueles obtidos na temperatura ambiente.

A maior ou menor porosidade de uma argamassa pode ser associada aos valores de resistência à compressão em escala macroscópica. Assim, argamassas com maior compactidade, isto é, menos porosas, devem apresentar maiores resistências. Esse fenômeno explicaria o acréscimo de resistência à

compressão que foi verificado em 300 °C na Campanha Experimental I e ao final desta.

Os resultados obtidos para as porosidades fechada, aberta e total foram graficados, Figura 4.28, para que se possa ter maior entendimento das suas variações.

Figura 4.28. Variação da porosidade em argamassas submetidas a elevadas temperaturas.



Fonte: O próprio Autor.

Conforme a Figura 4.28, entre 23,7 °C e 150 °C, as argamassas já apresentam alterações de porosidade, que pode ser um resultado da eliminação parcial da água interna.

Este fato é corroborado por Choinska *et al.* (2007), onde foi verificado que a esta temperatura a pasta de cimento já sofreu alguns processos de deterioração como a primeira fase de desidratação química, que foi iniciada em 105 °C, e também o início da evaporação da água capilar, resultante da modificação do teor de umidade interna aos 120 °C.

Esses processos podem gerar microfissuras e o alargamento dos poros pelo acréscimo de pressão interna. Conseqüentemente há um aumento sensível da permeabilidade do material entre 23,7 e 150 °C.

De 150 °C a 300 °C, a porosidade total das amostras experimentou uma redução da ordem de 0,84% em relação à temperatura de 150 °C.

Lembra-se que as imagens das estruturas de C-S-H aos 300 °C obtidas por MEV foram encontradas em menores aumentos de imagem, assim é possível associar o surgimento de C-S-H a redução das porosidades.

A mesma tendência foi verificada por Kim, Yun e Park (2013) que ao avaliarem a porosidade de pastas de cimento por meio de μ -CT registraram um acréscimo de porosidade até 100 °C e posteriormente, uma redução do volume de vazios próximo aos 400 °C. Segundo os autores, a razão pela qual as pastas se mostraram menos porosas aos 400 °C está relacionada ao desenvolvimento das condições de autoclavagem interna, o que resulta produção adicional de C-S-H e conseqüentemente, a ocupação dos espaços vazios à medida que os poros são substituídos pelas estruturas secundárias.

Cabe pontuar que a estrutura porosa e o volume de poros de um material influenciam consideravelmente as suas propriedades físicas e mecânicas (VYDRA, 2001). Pode-se dizer que menor quantidade de vazios implica em argamassas mais resistentes. Reforçando a ideia de que a diminuição da porosidade em 300 °C poderia explicar o aumento da resistência à compressão em escala macroestrutural.

A partir de 300 °C o volume de vazios nas três porosidades analisadas apresentaram elevação contínua.

De 300 °C a 600 °C alguns fatores podem ter contribuído para a elevação da porosidade como a fissuração, resultante da incompatibilidade térmica entre pasta e agregado, o aumento de pressão interna e a fragmentação e decomposição dos produtos de hidratação.

Nesse sentido, destaca-se o processo de fragmentação das estruturas de CH encontradas por ensaio de MEV nas amostras aquecidas a 600 °C e resfriadas bruscamente e ausência total dos produtos de hidratação seguido pela fusão dos agregados para amostras submetidas a 900 °C.

Além disso, é importante mencionar que as estruturas de C-S-H foram novamente registradas apenas em maiores aumentos de imagem, em 600 °C, e completamente ausentes aos 900 °C, o que pode ter contribuído para as alterações de porosidade registradas.

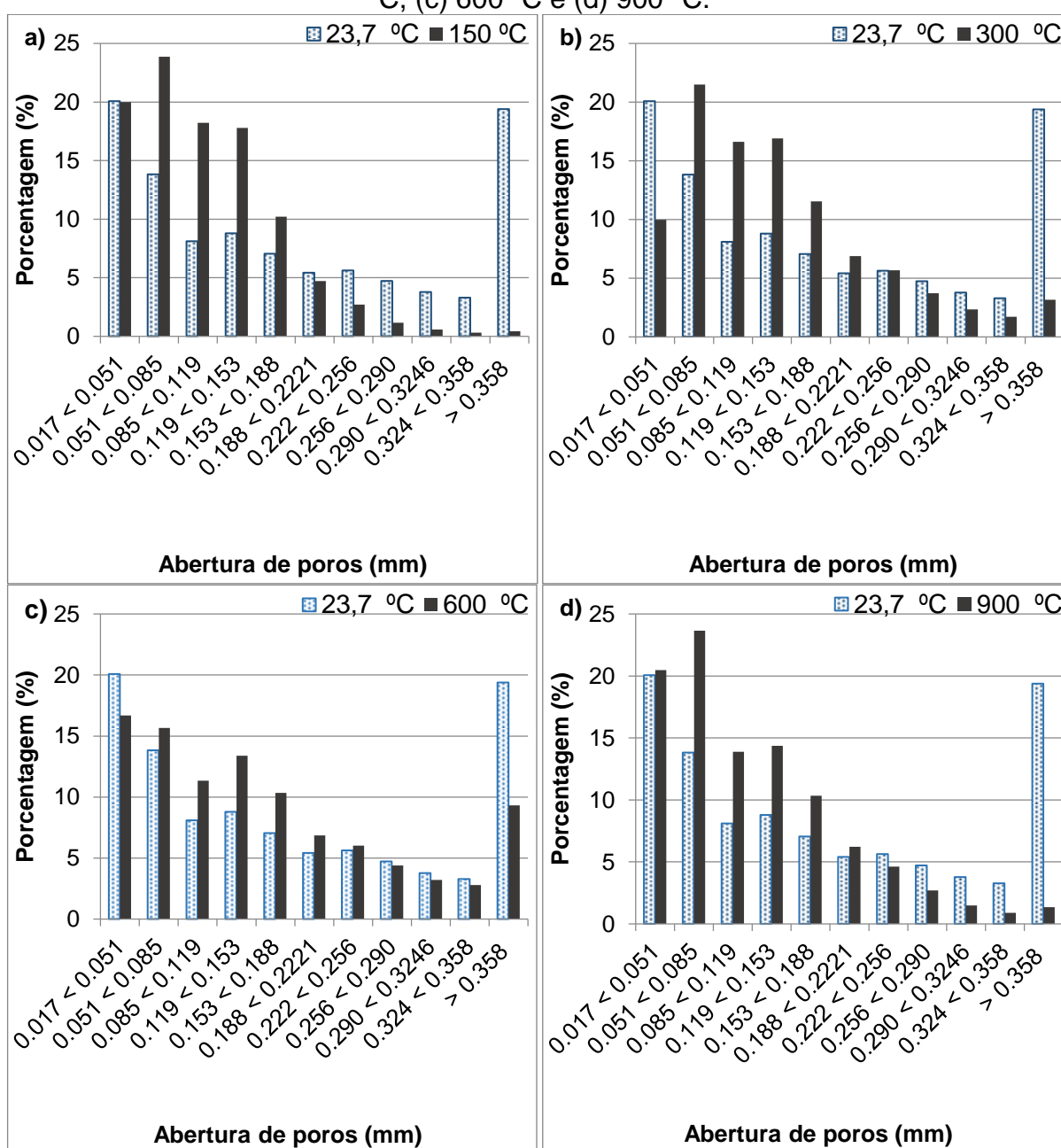
Fernandes *et al.* (2017) concorda com o fato de que a porosidade é afetada pela morfologia do C-S-H, apontando inclusive, a sua decomposição como

um dos principais eventos causadores do acréscimo de vazios internos em concretos que foram submetidos a elevadas temperaturas.

Outro aspecto a ser avaliado quanto à estrutura dos poros se refere à distribuição das aberturas de poros em função da elevação de temperatura.

Os resultados obtidos para a distribuição de tamanho de poros para cada temperatura de ensaio em relação à temperatura ambiente são apresentados na Figura 4.29.

Figura 4.29. Variação da distribuição do tamanho de poros em (a) 150 °C, (b) 300 °C, (c) 600 °C e (d) 900 °C.



Fonte: O próprio Autor.

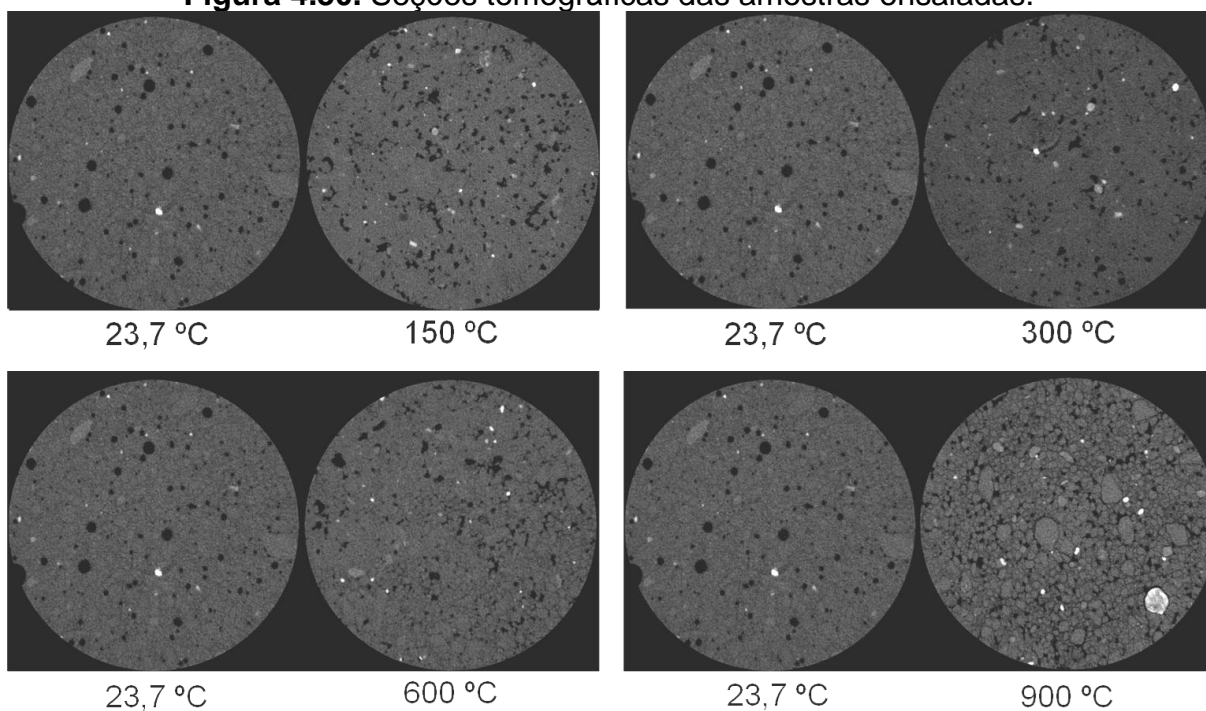
Verifica-se nos gráficos da Figura 4.29 que, independente da temperatura, não houve influência das temperaturas estudadas com relação à distribuição dos tamanhos de poros.

De modo geral, embora haja alteração da distribuição de abertura de poros entre 23,7 °C e 150 °C, não foi possível apontar diferenças significativas quanto à distribuição dos poros entre este e os demais patamares. As maiores frequências de tamanho de poros se no intervalo de 17 µm a 153 µm.

Ressalta-se que a distribuição de poros determinada por µ-CT é dependente da resolução (capacidade de discriminação) utilizada durante o ensaio. Lembrando que a resolução adotada neste estudo foi de 17 µm. Com esta resolução o histograma varia entre 17µm e 358 µm. Logo, poros com menores aberturas não foram considerados.

A fim de corroborar com os resultados da análise de distribuição do tamanho de poros, imagens das seções tomográficas, na Figura 4.30, geradas a partir das leituras do microtomógrafo foram selecionadas ao acaso e comparadas à seção da amostra de referência.

Figura 4.30. Seções tomográficas das amostras ensaiadas.

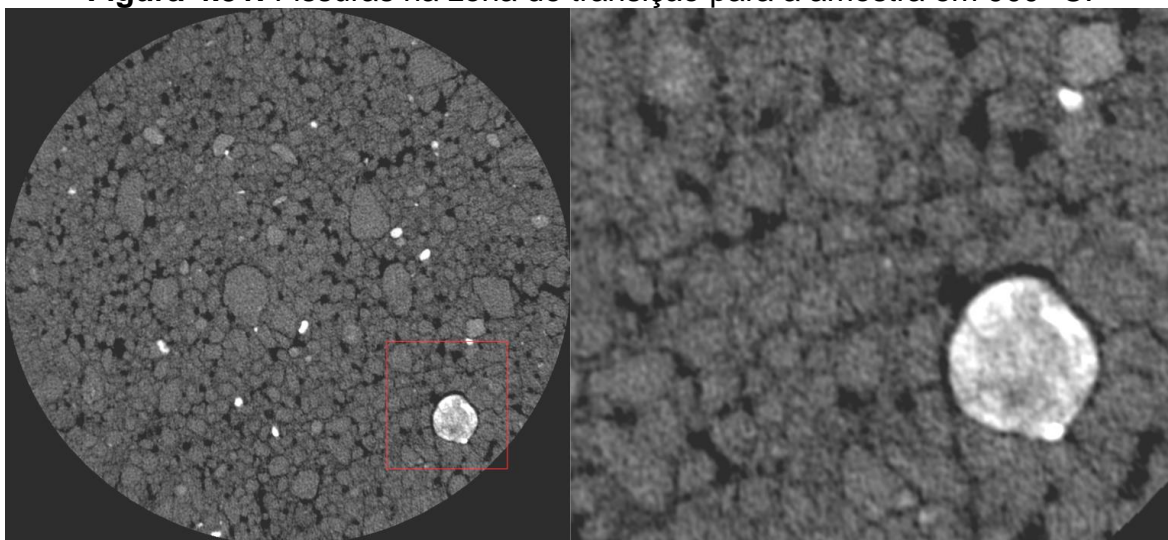


Fonte: O próprio Autor.

As imagens coletadas reforçam a ideia de que apesar do aumento dos valores da porosidade com a elevação de temperatura, isso não significa que os poros são maiores.

Embora a simples comparação entre as seções tomográficas não seja representativa para determinar a ocorrência de variação da porosidade, uma observação deve ser feita com relação à temperatura de 900 °C em que além da presença dos poros esféricos, pode-se apontar o surgimento de fissuras que contornam as partículas de agregado, conforme observado na Figura 4.31.

Figura 4.31. Fissuras na zona de transição para a amostra em 900 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Pode ser observado na Figura 4.31, o surgimento de microfissuração interna na interface entre a pasta e o agregado que pode ter sido decorrente da incompatibilidade térmica entre as fases.

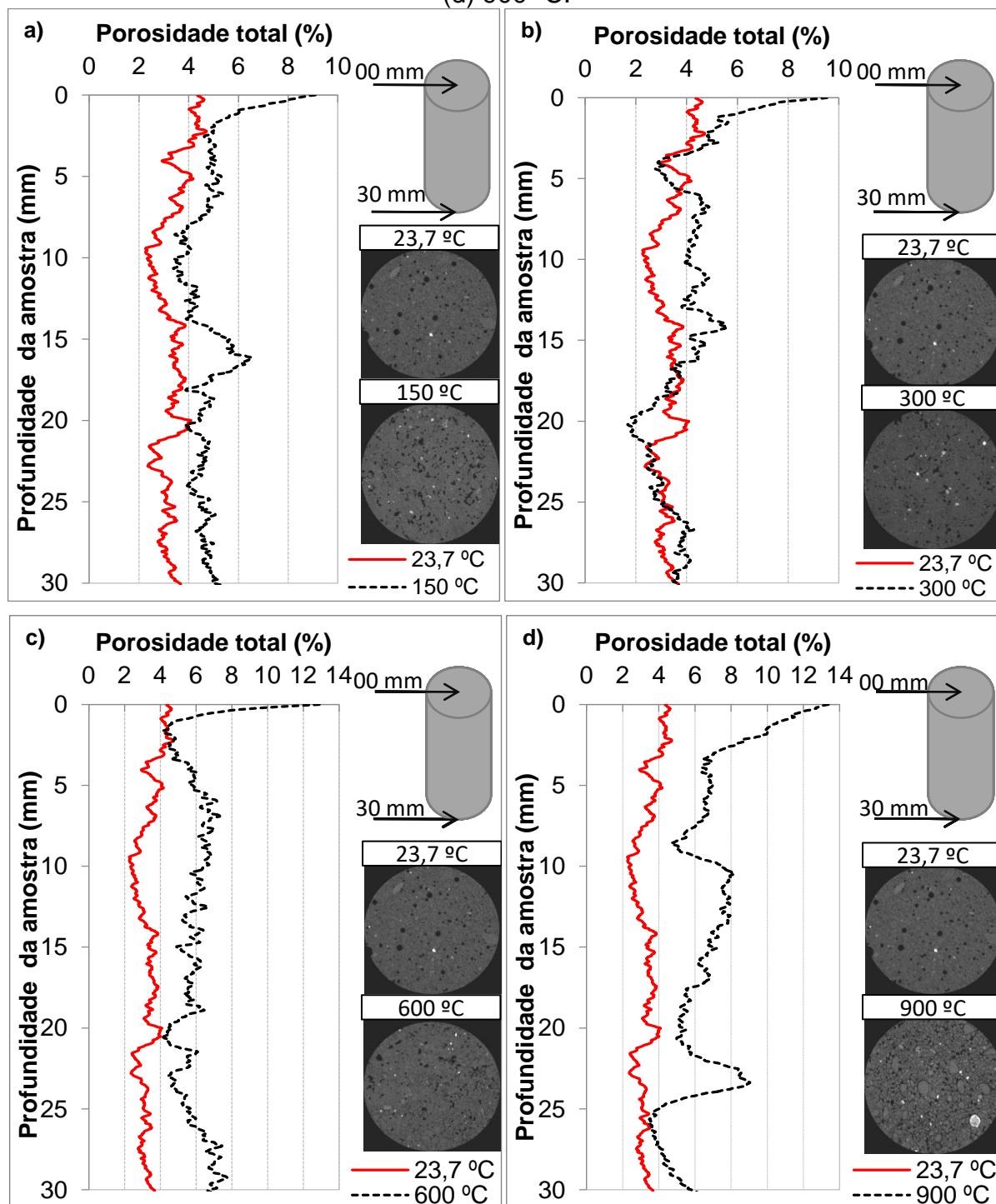
Esta incompatibilidade é corroborada por Bamonte e Gambarova (2010) que relacionam o surgimento de fissuras internas à argamassa, especialmente na zona de transição, acima de 400 °C, à expansão das partículas de agregado que ocorre paralelamente à contração da pasta de cima.

Por fim, os perfis de porosidade das amostras foram mapeados e comparados ao perfil das amostras de referência (23,7 °C) a fim de verificar não apenas a variação de vazios em termos de porosidade total, mas também da distribuição dos poros ao longo de toda a altura das amostras consideradas para o ensaio de μ -CT.

4.3.1.3 Alteração do perfil poroso das amostras

Os perfis porosos das amostras são expostos na Figura 4.32.

Figura 4.32. Perfil poroso das argamassas em (a) 150 °C, (b) 300 °C, (c) 600 °C e (d) 900 °C.



Fonte: O próprio Autor.

Os dados apresentados na Figura 4.32 mostram a porcentagem de volume de vazios interno ao longo de toda a altura do material, isto é, o seu perfil poroso, não é linear, apontando regiões internas com maior ou menor porosidade. Nota-se, contudo, que a porcentagem da distribuição de vazios no perfil das amostras, que era mais uniforme aos 23,7 °C sofre consideráveis alterações à medida que a temperatura se eleva o que aponta que essas argamassas possuem uma maior porosidade.

Aos 150 °C, a linha do perfil poroso das amostras já apresenta certo afastamento em relação ao perfil de referência (23,7 °C), o que indica um acréscimo da porosidade total.

Na faixa entre 150 °C e 300 °C, por sua vez, o perfil poroso da amostra se aproxima do perfil de referência, indicando uma redução da porosidade total nesta temperatura.

Lembra-se que aos 300 °C, os cristais de C-S-H foram encontrados com menores aumentos de imagem em MEV, sugerindo que a produção de estruturas cristalinas secundárias por autoclavagem tenha provocado o fechamento de espaços vazios internos. Nesse sentido, julga-se que a redução de poros aos 300 °C possa levar o material a apresentar maiores resistências em escala macroestrutural. A partir desta temperatura, o aumento da porosidade total nas argamassas é contínuo.

Entre 600 e 900 °C notou-se que o perfil poroso das argamassas tende a se afastar cada vez mais do perfil de referência. Nesse sentido, percebe-se que não somente a quantidade de poros é aumentada, mas que a distribuição desses poros também varia ao longo do perfil das amostras.

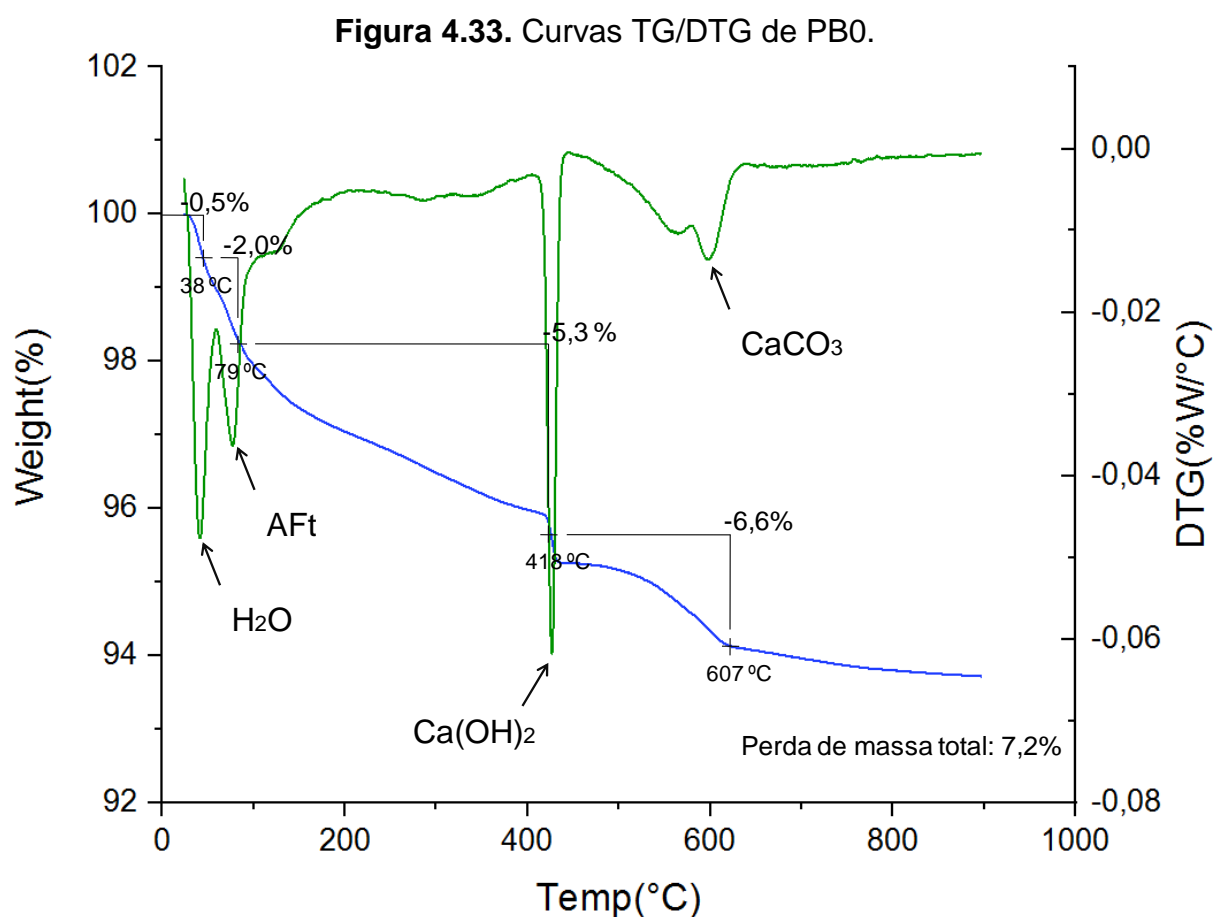
Cabe ressaltar que os vazios internos não representam apenas os poros, mas também as fissuras que surgiram em decorrência da elevação de temperatura, como verificado na Figura 4.31.

Por fim, salienta-se que a análise das amostras por microtomografia permitiu observar uma multiplicidade de aspectos dos vazios nas argamassas (porcentagem, distribuição dos tamanhos, ocorrência de defeitos, entre outros).

4.3.1.4 Análise termogravimétrica TG/DTG

Esta etapa teve por finalidade verificar a perda de massa das amostras frente à elevação de temperatura. Destaca-se que essas perdas são resultantes dos eventos físicos (sublimação, evaporação, condensação) ou químicos (degradação, decomposição, oxidação) em função da temperatura. Assim, foi possível relacionar os picos de perda de massa à ocorrência desses eventos.

Os resultados das curvas de TG/DTG para as amostras PB0 são mostrados na Figura 4.33.



Fonte: O próprio Autor.

Analisando a curva TG/DTG da Figura 4.33 notou-se a presença de quatro eventos característicos. O primeiro desses eventos acontece ao início do processo de aquecimento e tem pico característico em 38 °C, apresentando uma perda de massa de 0,5%. O segundo evento teve pico endotérmico em 79 °C com perda de massa de 2,0%.

Uma vez que a decomposição dos produtos de hidratação não foi percebida até 150 °C durante o ensaio de MEV e a análise por microtomografia para a mesma temperatura registrou um acréscimo das porosidades das amostras, sugere-se que estes picos iniciais representem a eliminação da água contida no interior da argamassa, o início da desidratação das fases cristalinas e a decomposição da AFt, que se torna instável a partir de 70 °C.

A hipótese de que a decomposição total da etringita está representada nestes primeiros picos é reforçada pelo fato de que essa fase não foi observada em temperaturas superiores a 150 °C em regime de resfriamento escalonado durante o ensaio de MEV.

Estes resultados foram similares aos encontrados por Almeida (2017) e Adamopoulou *et al.* (2011). Ambos os estudos atribuem a perda de massa inicial dos materiais à evaporação da parcela de água livre e à água dos poros capilares, assim como ao início do processo de decomposição da AFt cujos picos foram observados aproximadamente entre 55°C e 160°C.

O terceiro evento é iniciado a partir de 396 °C e teve pico característico em 418 °C com perda de massa de 5,3% em relação à massa inicial. Nesse sentido é importante lembrar que pelo ensaio de MEV aos 300 °C o CH ainda não apresentava sinais de desidratação e, aos 600 °C, o processo de deterioração do CH já havia sido iniciado. Logo, acredita-se que este evento possa estar relacionado à primeira fase de decomposição desta estrutura cristalina.

Almeida (2017), Adamopoulou *et al.* (2011) e Hoppe Filho (2017) concordam com que a faixa de temperatura compreendida entre 380 °C e 500 °C contribuem para o processo de volatilização da água de composição do hidróxido de cálcio, o que se reflete em uma perda de massa significativa.

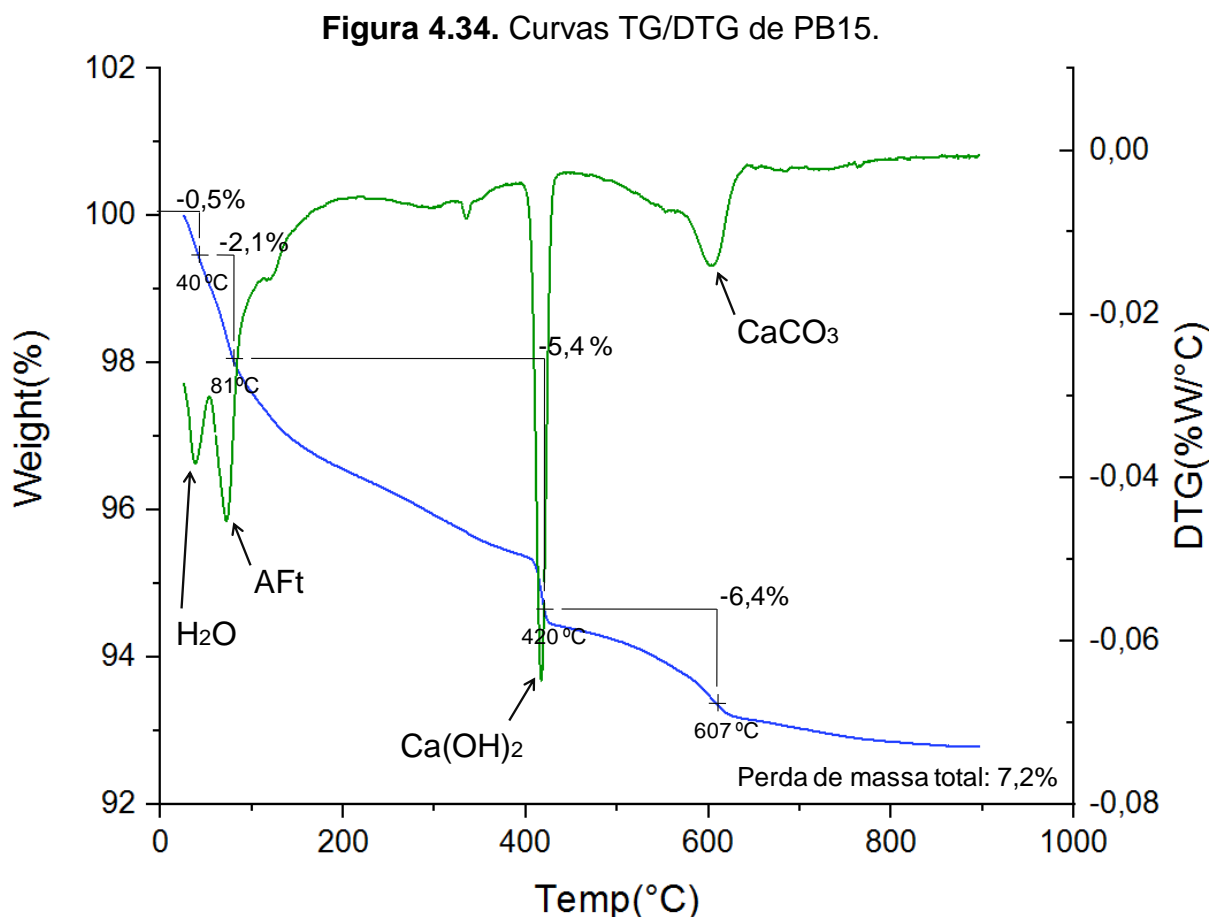
Como o CH representa de 20 a 25% do volume de sólidos da pasta de cimento hidratada (VU, 2009), pode-se imaginar que a decomposição desta fase seja acompanhada por uma perda de massa do material.

O último pico endotérmico da curva TG/DTG localiza-se à temperatura de 607 °C com perda de massa de 6,6% em relação à massa inicial. Este evento corresponde ao processo de descarbonatação do carbonato de cálcio, isto é, a eliminação do dióxido de carbono do CaCO₃, formado durante a eliminação de água do CH (LIMA, 2005; PASQUERO, 2004; SABEUR; PLATRET; VINCENT, 2016).

Não foi possível associar qualquer um dos picos térmicos ao processo de decomposição do C-S-H. Como esta fase é o principal produto aglomerante da pasta de cimento, a sua decomposição ocorre em uma faixa bastante ampla de temperaturas, sendo iniciada próximo aos 100 °C.

Isto é corroborado por Almeida (2017) que caracterizou a decomposição do C-S-H como um processo que ocorre em várias temperaturas devido à sua estrutura do lamelar e à presença de água em diferentes níveis, o que requer o consumo de diferentes quantidades de energia térmica.

Uma vez que foram analisados os processos de perda de massa das amostras PB0, as curvas de TG/DTG para as amostras PB15 foram analisadas, conforme a Figura 4.34.



Fonte: O próprio Autor.

Os resultados de TG/DTG para PB15, verificados na Figura 4.34, foram praticamente idênticos aos registrados nas amostras PB0. De forma geral podem ser pontuados os seguintes eventos:

- primeiro pico endotérmico em 40 °C, com perda de massa de 0,5%;

- segundo pico em 81 °C e perda de massa de 2,1%;
- terceiro pico característico em 420 °C, com perda de massa de de 5,4%;
- quarto pico em 607 °C acompanhado de uma perda de massa de 6,4%.

A semelhança entre os resultados de PB0 e PB15 sugere que a adição do pó de basalto não interfere nos processos de deterioração que acontecem na pasta de cimento durante a elevação de temperatura.

Almeida (2017) concorda com a hipótese de que a adição mineral não tem papel significativo nos processos de decomposição das estruturas cristalinas da pasta de cimento. O autor, ao ensaiar amostras de concreto convencional e com substituição de cinza de casca de arroz amorfa por técnica de TG/DTG, verificou que apesar das amostras apresentarem uma diferença de perda relativa de massa, os picos característicos que representam às transformações físicas e químicas dos materiais se deram em intervalos de temperatura muito próximos.

O mesmo comportamento foi apontado por Adamopoulou *et al.* (2011) em pastas convencionais de Cimento Portland e pastas com diferentes teores de filer calcário (15%, 25% e 35%) em substituição ao cimento, quando ensaiadas por técnica de TG/DTG.

Portanto, não se pode precisar o efeito da adição mineral do pó de basalto sobre os intervalos de temperatura em que se dão as alterações físico-químicas das argamassas.

4.3.2 Alterações macroestruturais

O objetivo das investigações foi avaliar as variações de desempenho em escala macroestrutural por meio do registro das propriedades residuais das argamassas, mantidas depois de aquecidas e resfriadas, relacionando-as com as das transformações ocorridas na microestrutura.

4.3.2.1 Resistência à compressão residual

Os resultados de resistência à compressão residual das amostras aos 28 dias de idade são apresentados na Tabela 4.7 e tomaram como referência (100%) os valores obtidos em temperatura ambiente.

Tabela 4.7. Resistência à compressão residual de PB0 e PB15.

RESFRIAMENTO ESCALONADO (RE)					RESFRIAMENTO BRUSCO (RB)			
RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO RESIDUAL (MPa)								
T (°C)	PB0_E	(%)	PB15_E	(%)	PB0_B	(%)	PB15_B	(%)
23,7	28,31	100	26,07	100	28,31	100	26,07	100
150	24,28	86	25,84	99,12	23,35	82	25,57	98,08
300	25,66	91	27,13	104,07	24,63	87	27,19	104,29
600	4,23	15	2,78	10,66	14,32	51	12,63	48,45
900	0,50	2	-	-	-	-	-	-

Fonte: O próprio Autor.

A resistência à compressão residual das argamassas básicas sem adição de pó de basalto (PB0) tanto em regime de resfriamento brusco quanto escalonado seguem a mesma tendência dos resultados encontrados na Primeira Campanha Experimental.

Essas amostras apresentaram uma redução nos valores de resistência residual em 150 °C, acréscimo de resistência aos 300 °C, com pouca diferença de valores entre as argamassas resfriadas em regime escalonado e aquelas que foram resfriadas bruscamente.

Acima de 600 °C as reduções de resistência foram progressivas e a diferença entre os regimes de resfriamentos, mais perceptível.

Em 900 °C as perdas foram praticamente totais na maioria das amostras, não sendo possível avaliar os valores de resistência da maioria das amostras.

Percebeu-se que nas argamassas com adição de 15% de pó de basalto, a resistência à compressão se manteve praticamente estável até o patamar de 300 °C, onde inclusive foi registrada uma elevação dessa propriedade em relação às amostras de referência, isto é, mantidas em 23,7 °C.

Para temperaturas superiores a 300 °C, a redução da resistência seguiu a mesma tendência do material sem adição, apresentando inclusive valores menores à estes materiais.

Acredita-se que este fenômeno seja resultado da baixa condutividade e difusividade térmicas e alto valor de calor específico do basalto, isto é, a menor capacidade de conduzir calor deste material.

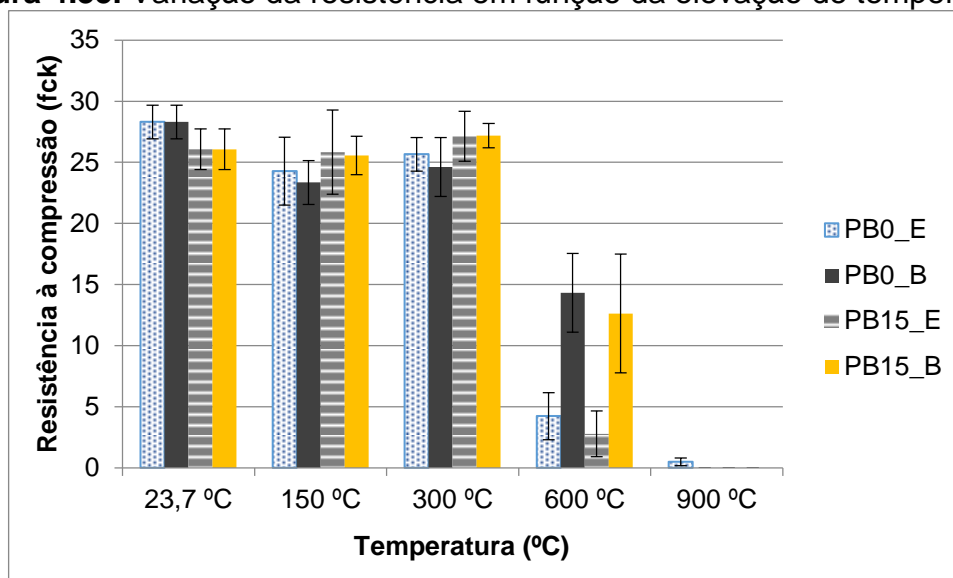
De acordo com Mehta e Monteiro (2014), o basalto possui as menores condutividade e difusividade térmicas entre os materiais utilizados como agregado em materiais cimentícios. No concreto essas propriedades dependem das propriedades termofísicas dos seus constituintes, materiais de baixa condutividade e difusividade resultam em concretos mais resistentes à elevação de temperatura (NEVILLE, 2016).

Concretos que são produzidos com agregados derivados de rochas formadas por granulação fina como o basalto, apresentam baixos valores de condutividade e difusividade térmicas em temperatura ambiente e lento acréscimo dessas propriedades à medida que o material é aquecido (HARMATHY, 1973). O mesmo conceito pode ser aplicado às argamassas.

A partir de 600 °C as perdas de resistência tanto em PB0 quanto em PB15 são elevadas, assim, a influencia da adição mineral às argamassas sobre os efeitos nocivos da elevação de temperatura não pôde ser associada à temperaturas mais elevadas.

Os resultados para a resistência à compressão residual foram graficados, na Figura 4.35, para que se tenha uma melhor compreensão de sua variação em relação à elevação de temperatura.

Figura 4.35. Variação da resistência em função da elevação de temperatura.



Fonte: O próprio Autor.

Como verificado anteriormente, as amostras experimentam uma redução dos valores de resistência na faixa de temperatura entre 23,7 °C e 150 °C, posteriormente há uma elevação sensível da resistência aos 300 °C e posterior queda gradativa desta propriedade em 600 °C e 900 °C.

Apesar das diferenças entre os regimes de resfriamento estar presentes em todas as temperaturas analisadas, essas diferenças não são estatisticamente significativas até 300 °C, sendo as maiores diferenças nos regimes de resfriamento das amostras verificadas aos 600 °C.

Como fatores que tenham contribuído para a variação de resistência frente à elevação de temperatura podem ser pontuados:

- evaporação da água interna e decomposição da etringita até a temperatura de 163 °C, como verificado no ensaio de MEV e TG/DTG;
- diminuição das porosidades (aberta, fechada e total) próximo aos 300 °C registrado em ensaio de microtomografia;
- fratura e decomposição do CH na faixa de temperatura compreendida entre 396 e 445 °C, em ensaio de MEV e TG/DTG;
- descarbonatação próxima aos 607 °C;
- deterioração do C-S-H e fusão dos agregados verificado em MEV aos 900 °C.
- aumento da porosidade e da fissuração interna com a elevação da temperatura.

A análise estatística dessa Campanha Experimental procedeu-se da mesma forma que na Campanha Experimental I.

Essa análise é inicialmente feita por ANOVA para verificar apenas a ocorrência de diferença estatística significativa entre as temperaturas, em cada um dos regimes de resfriamento. Uma vez que a diferença foi detectada entre os grupos e, com o objetivo de descobrir em quais grupos de temperatura a resistência à compressão residual diferiam significativamente dos demais, o pós-teste Tukey HSD foi realizado.

Por fim, o teste de hipótese com dados emparelhados foi realizado a fim de verificar a ocorrência, ou não, de diferenças estatísticas entre os regimes de resfriamento para cada uma das temperaturas.

Ressalta-se que a ocorrência de diferença estatística foi considerada quando o p-valor for menor do que 5% (0,05).

A análise estatística para resistência à compressão residual é apresentada na Tabela 4.8.

Tabela 4.8. ANOVA para resistência à compressão residual de PB0 e PB15.

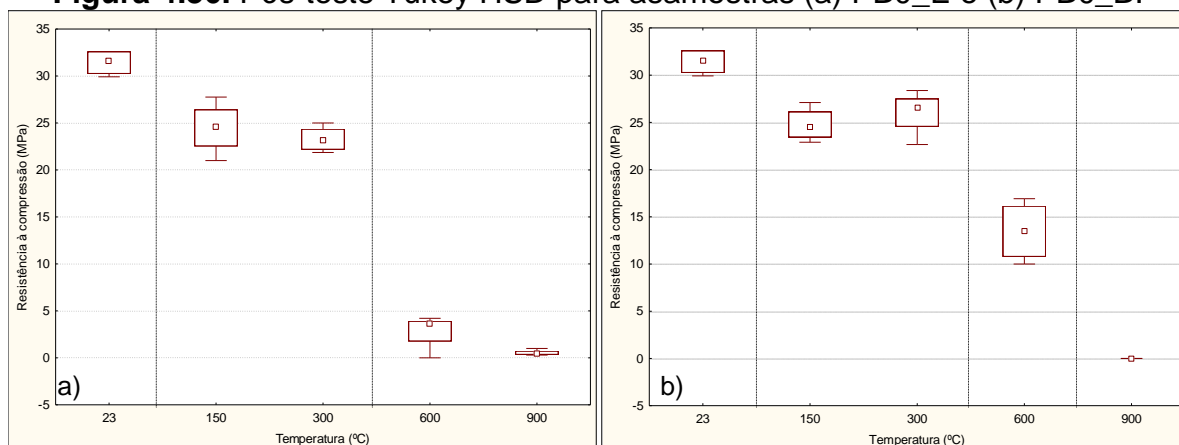
Amostra	SQ	Erro	GDL	MQ	Teste F	p-value	Diferença estatística
PB0_E	3093,69	46,092	4	773,424	251,699	0,000000	Significativa
PB0_B	2513,705	63,940	4	628,426	147,423	0,000000	Significativa
PB15_E	3008,607	66,912	4	752,151	168,612	0,000000	Significativa
PB15_B	2459,757	89,525	4	614,939	103,033	0,000000	Significativa

Fonte: O próprio Autor.

Como verificado na Tabela 4.8, para todas as amostras analisadas nas elevadas temperaturas, independente do traço e do regime de resfriamento, há pelo menos um grupo de temperatura cuja resistência residual difere estatisticamente das demais.

Para descobrir entre quais grupos de PB0 se encontram as diferenças significativas, o pós-teste Tukey HSD foi realizado conforme a Figura 4.36.

Figura 4.36. Pós-teste Tukey HSD para amostras (a) PB0_E e (b) PB0_B.



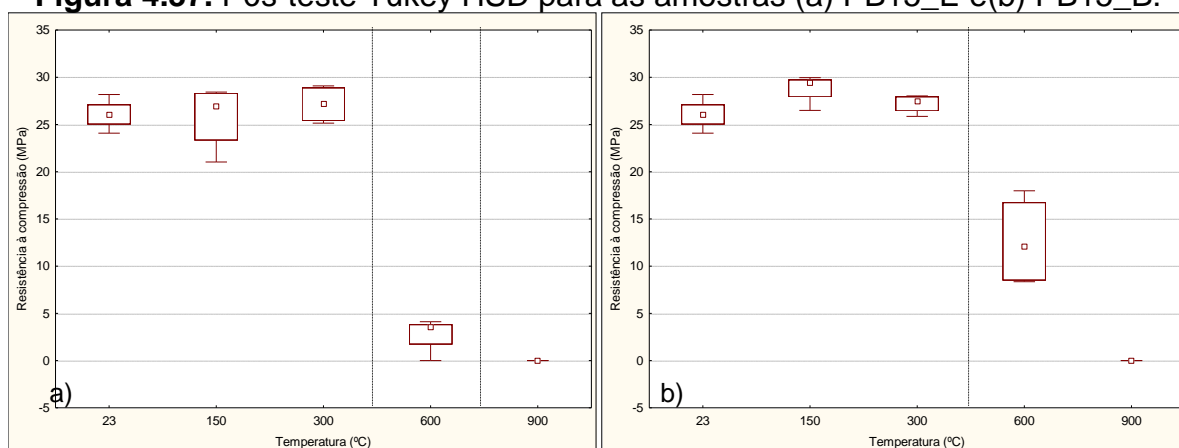
Fonte: O próprio Autor.

Pode-se observar pela Figura 4.36 que, para as argamassas PB0, independente do regime resfriamento, os valores residuais de resistência à compressão apresentaram diferenças estatísticas significativas para as faixas de temperaturas estudadas, porém, destaca-se que na faixa de 150 °C a 300 °C, essa diferença não foi detectada.

Destaca-se ainda que em regime de resfriamento brusco os valores residuais de resistência à compressão entre 600 °C e 900 °C também não diferiram.

O pós-teste Tukey HSD para as amostras PB15 são apresentadas na Figura 4.37.

Figura 4.37. Pós-teste Tukey HSD para as amostras (a) PB15_E e (b) PB15_B.



Fonte: O próprio Autor.

No que se refere às argamassas PB15, conforme a Figura 4.37, o efeito das temperaturas sobre a resistência à compressão residual não foi estatisticamente significativo até os 300 °C, para ambos os regimes de resfriamento

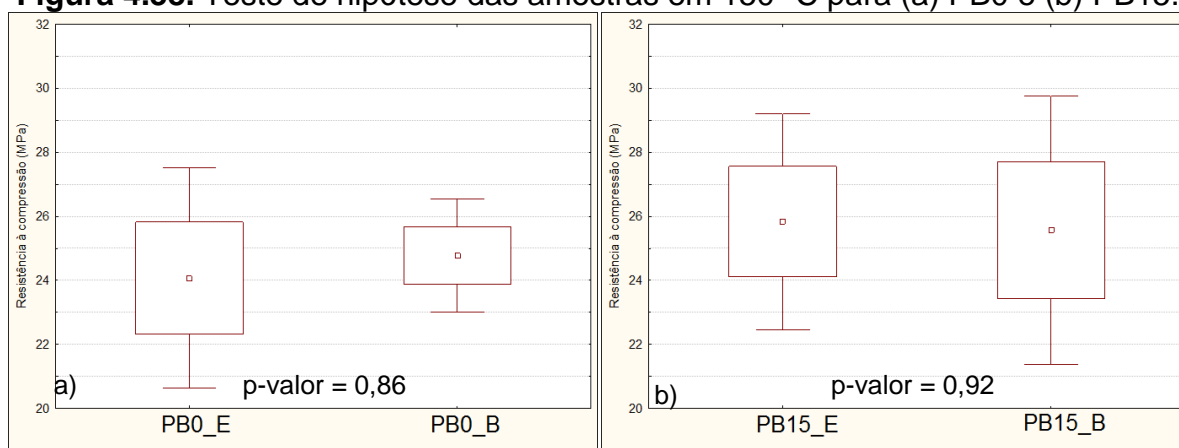
estudados. Portanto, pode-se dizer que apenas os resultados de temperaturas superiores a 600 °C diferem estatisticamente daqueles obtidos em temperatura ambiente.

Destaca-se ainda que apenas para o resfriamento brusco a resistência a 600 °C difere das registradas em 900 °C, o que não ocorreu naquelas amostras que foram resfriadas em regime escalonado.

Uma vez que foram constatadas diferenças significativas entre as temperaturas, partiu-se para a análise estatística dos regimes de resfriamentos, cujo objetivo foi verificar a ocorrência, ou não, de diferenças estatísticas (com valor de $p < 0,05$) entre os regimes de resfriamento adotados.

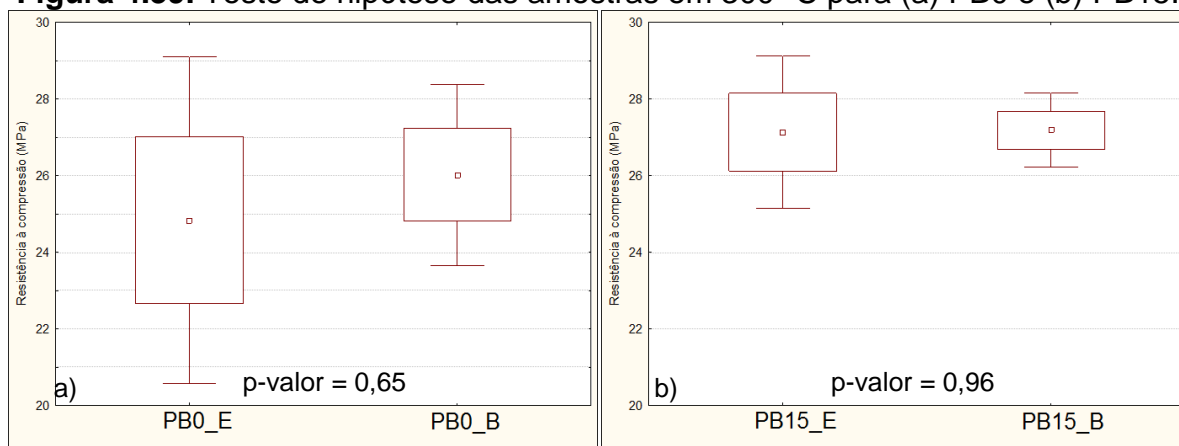
O teste de hipótese com dados emparelhados para 150 °C e 300 °C pode ser visto nas Figuras 4.38 e 4.39.

Figura 4.38. Teste de hipótese das amostras em 150 °C para (a) PB0 e (b) PB15.



Fonte: O próprio Autor.

Figura 4.39. Teste de hipótese das amostras em 300 °C para (a) PB0 e (b) PB15.



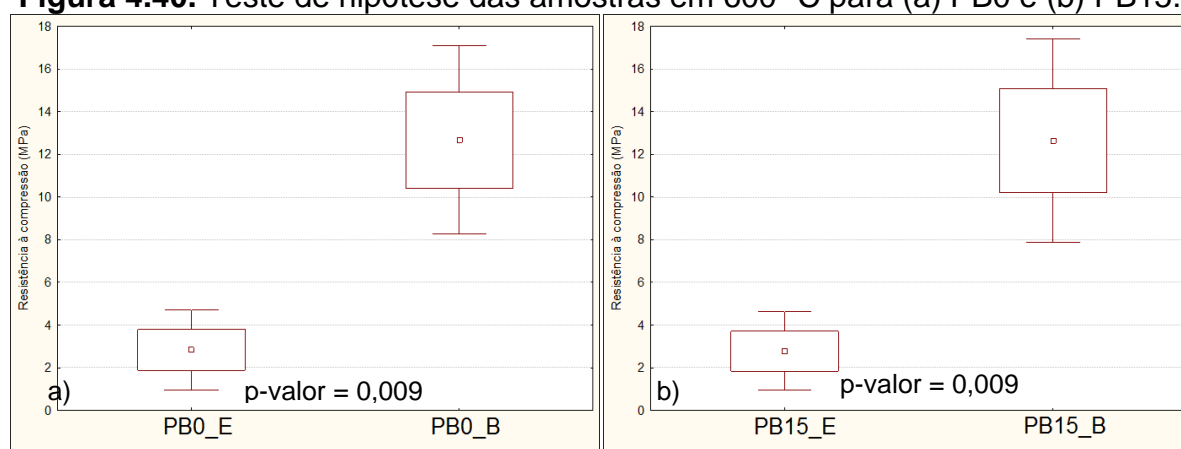
Fonte: O próprio Autor.

Por meio do teste de hipótese, pode-se constatar que para as duas primeiras temperaturas, 150 °C e 300 °C, os regimes de resfriamentos adotados não diferem estatisticamente entre si.

Pode-se dizer que os diferentes regimes de resfriamentos não interferem no comportamento residual das amostras nas primeiras temperaturas uma vez que a diferenças não foram estatisticamente significativas.

O teste de hipótese realizado para as temperaturas de 600 °C é apresentado na Figura 4.40.

Figura 4.40. Teste de hipótese das amostras em 600 °C para (a) PB0 e (b) PB15.



Fonte: O próprio Autor.

Observou-se que quando a temperatura atinge 600 °C, tanto para PB0 quanto para PB15, as diferenças entre os regimes de resfriamento para os valores de resistência à compressão residual passam a ser significativas.

Assim, pode-se dizer que o efeito do regime de resfriamento sobre as argamassas que foram submetidas às elevadas temperaturas ocorre a partir de 600 °C.

A diferença entre os regimes de resfriamento para as amostras que foram submetidas aos 900 °C não pode ser verificada devido à desintegração das amostras que foram resfriadas bruscamente, por choque térmico ao imediato contato com a água de resfriamento, o que sugere que o uso do resfriamento ao ar livre (escalonado) seja, neste caso, o mais adequado.

4.3.2.2 Módulo de elasticidade residual

Os resultados obtidos para o módulo de elasticidade dinâmico residual das argamassas são apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9. Módulo de elasticidade dinâmico residual.

RESFRIAMENTO ESCALONADO (RE)					RESFRIAMENTO BRUSCO (RB)			
MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO RESIDUAL (GPa)								
T (°C)	PB0_E	(%)	PB15_E	(%)	PB0_B	(%)	PB15_B	(%)
23,7	17,33	100	16,38	100	17,33	100	16,38	100
150	16,68	96,25	13,81	84,31	17,23	99,42	13,93	85,04
300	13,50	77,90	13,17	80,40	15,55	89,73	13,97	85,28
600	0,93	5,37	0,53	3,23	10,90	62,90	10,16	62,02
900	0,00	-	0,00	-	0,00	-	0,00	-

Fonte: O próprio Autor.

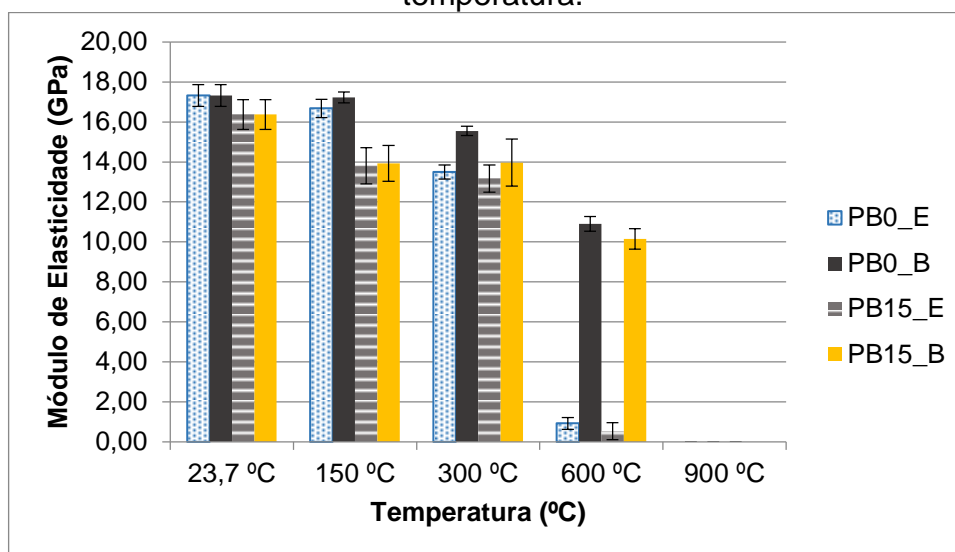
Os resultados mostraram que as argamassas, independente da presença de adição, apresentaram módulos residuais parecidos ao longo da exposição às altas temperaturas.

No intervalo de 150 a 300 °C a diferença do módulo residual entre as amostras é pouco significativa, principalmente para as amostras resfriadas bruscamente.

As maiores diferenças entre os módulos se dão a partir de 600 °C em que os valores de módulo de elasticidade residual das amostras resfriadas em regime brusco são notadamente superiores às demais, seguindo a mesma tendência das amostras ensaiadas na Primeira Campanha Experimental.

A tendência da redução do módulo de elasticidade inicial pode ser melhor percebida na Figura 4.41.

Figura 4.41. Variação do módulo de elasticidade em função da elevação de temperatura.



Fonte: O próprio Autor.

Como verificado anteriormente nota-se que apesar de haver redução do módulo de elasticidade já aos 150 °C, essa redução permanece praticamente estável até 300 °C. A partir desse patamar as perdas passam a ser mais significativas, principalmente em amostras cujo resfriamento se deu em regime escalonado.

Como fatores que possam ter contribuído para a redução do módulo de elasticidade frente à elevação de temperatura pontua-se:

- aumento da porosidade em 150 °C, registrado em microtomografia;
- evaporação da água interna e decomposição da etringita até 163 °C;
- Redução das porosidades (aberta, fechada e total) aos 300 °C verificado em ensaio de microtomografia;
- fratura e decomposição do CH na faixa de temperatura compreendida entre 396 e 445 °C, em ensaio de MEV e TG/DTG;
- incompatibilidade térmica entre pasta e agregado próximo aos 600 °C;
- decarbonatação próxima aos 607 °C com possível reidratação do CH por contato com a água de resfriamento;
- fusão dos agregados verificado em MEV e aumento de vazios internos de acordo com o ensaio de μ -CT para a temperatura de 900 °C.

A análise estatística para os valores residuais de módulo de elasticidade procedeu-se da mesma forma que na Campanha Experimental I.

Essa análise abarcou os testes de ANOVA, para verificar a ocorrência de diferença entre os grupos de temperatura, para cada regime de resfriamento separadamente; o pós-teste Tukey HSD para identificar quais grupos diferiam entre si e o teste de hipótese com dados emparelhados cujo objetivo foi detectar em quais temperaturas os regimes de resfriamento diferem estatisticamente.

Vale lembrar que a ocorrência de diferença estatística foi considerada quando o p-valor for menor do que 5% (0,05).

A análise por ANOVA para os valores residuais de módulo de elasticidade é apresentada na Tabela 4.10.

Tabela 4.10. ANOVA aplicada aos resultados de módulo de elasticidade residual.

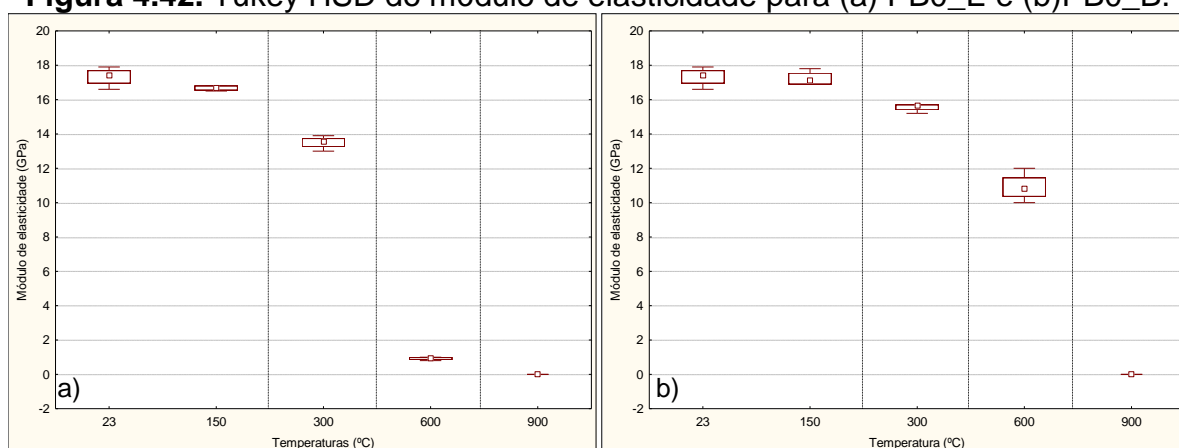
Amostra	SQ	Erro	GDL	MQ	Teste F	p-value	Diferença estatística
PB0_E	1169,283	1,402	4	292,320	3126,425	0,000000	Significativa
PB0_B	853,075	3,665	4	213,268	872,859	0,000000	Significativa
PB15_E	989,642	6,080	4	247,410	610,353	0,000000	Significativa
PB15_B	671,705	9,019	4	167,926	279,279	0,000000	Significativa

Fonte: O próprio Autor.

Pela análise de ANOVA, observada na Tabela 4.10, uma diferença significativa entre os grupos de argamassa foi observada para o módulo de elasticidade residual, o que significa que em todos os casos, há ao menos um grupo cujos valores de módulo de elasticidade residual diferem significativamente dos demais.

Para verificar estão quais grupos de temperatura diferem significativamente entre si, o pós-teste Tukey HSD foi realizado como verificado na Figura 4.42.

Figura 4.42. Tukey HSD do módulo de elasticidade para (a) PB0_E e (b) PB0_B.

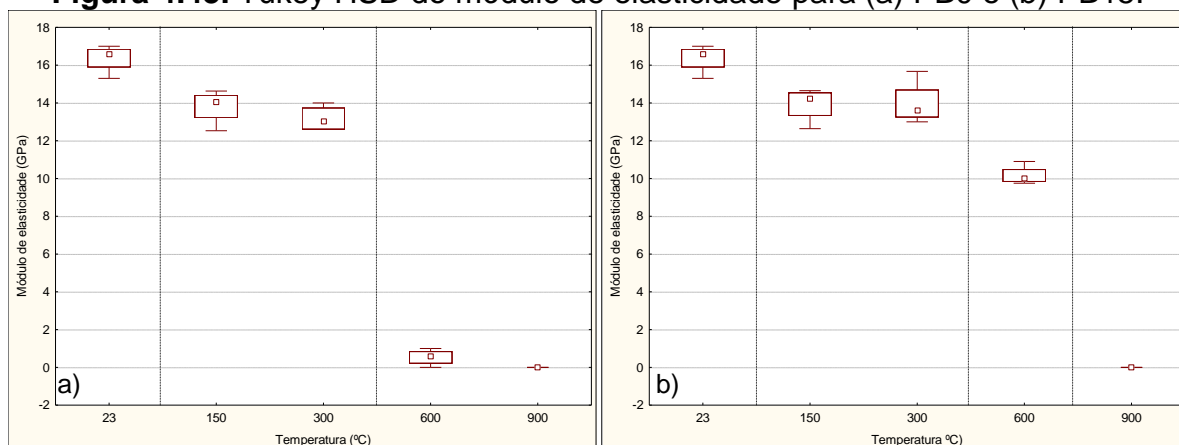


Fonte: O próprio Autor.

Verifica-se pelos resultados verificados na Figura 4.42 que, para as argamassas PB0, independente do regime resfriamento, o módulo de elasticidade residual das amostras difere estatisticamente do módulo de referência, 23,7 °C, a partir de 300 °C.

O pós-teste Tukey HSD para as amostras PB15 é apresentado na Figura 4.43.

Figura 4.43. Tukey HSD do módulo de elasticidade para (a) PB0 e (b) PB15.



Fonte: O próprio Autor.

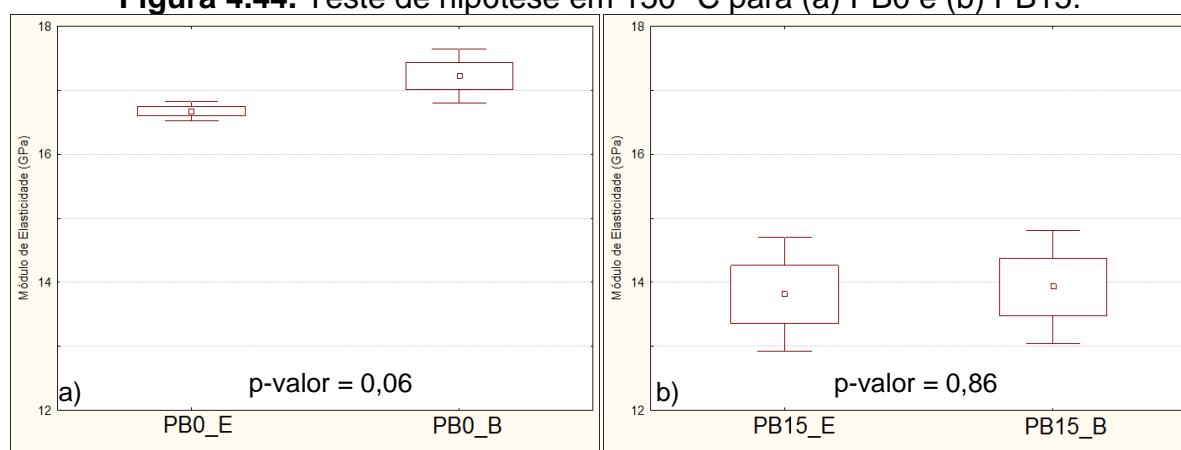
Quanto às amostras PB15, notou-se pelos gráficos da Figura 4.43 que os módulos de elasticidade residual para as elevadas temperaturas diferem estatisticamente dos valores obtidos em temperatura ambiente, porém, essa diferença não foi detectada na faixa compreendida entre 150 °C e 300 °C.

Ressalta-se ainda que para as amostras resfriadas em regime escalonado, os módulos de elasticidade residual de 600 °C e 900 °C não diferiram significativamente.

A partir destas constatações, buscou-se verificar a ocorrência de diferenças significativas entre os regimes de resfriamentos para cada uma das temperaturas separadamente.

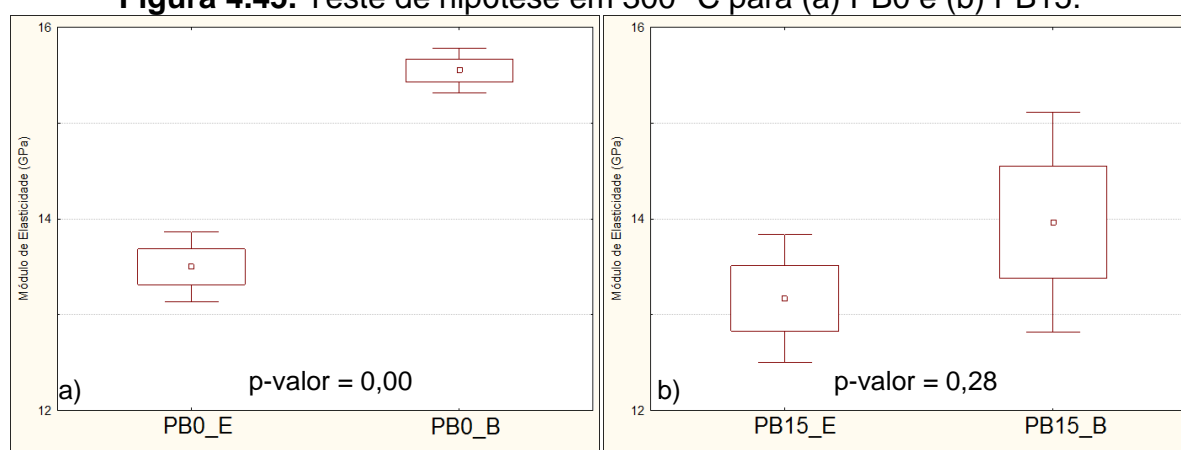
O teste de hipóteses para os módulos de elasticidade residual das argamassas a 150 °C e 300 °C nos dois regimes de resfriamento pode ser visto nas Figuras 4.44 e 4.45.

Figura 4.44. Teste de hipótese em 150 °C para (a) PB0 e (b) PB15.



Fonte: O próprio Autor.

Figura 4.45. Teste de hipótese em 300 °C para (a) PB0 e (b) PB15.



Fonte: O próprio Autor.

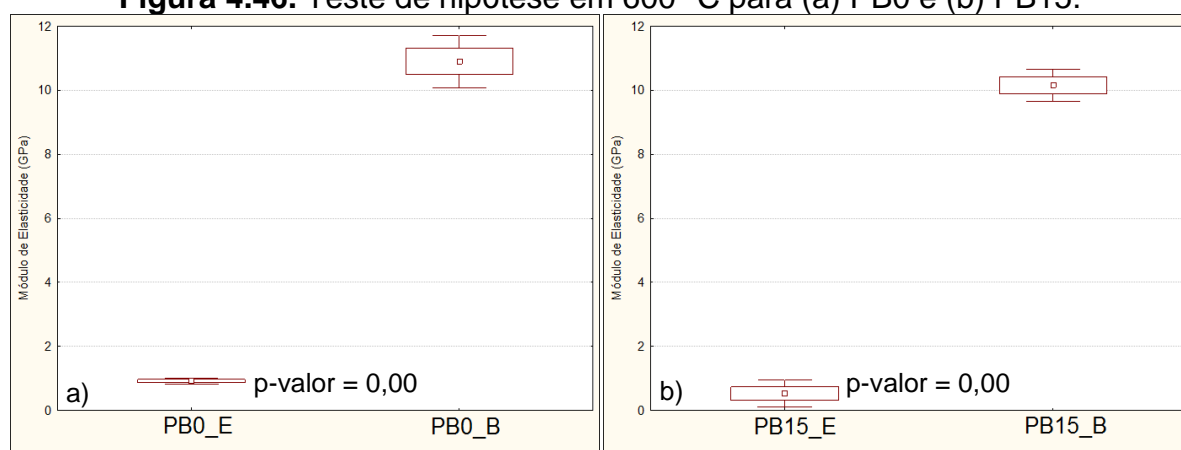
Verifica-se por meio das Figuras 4.44 e 4.45 que as amostras PB0 e PB15 apresentam comportamentos distintos quando resfriadas em 150 °C e 300 °C.

Embora a 150 °C os regimes de resfriamento não difiram entre si, aos 300 °C uma diferença significativa foi verificada entre os resfriamentos para PB0.

Quanto às amostras que continham a adição mineral (PB15), os módulos residuais entre os regimes de resfriamento não apresentaram diferenças estatísticas. Assim, sugere-se que a incorporação do basalto tenha agido na manutenção do módulo de elasticidade nestas faixas de temperatura.

O teste de hipótese realizado para as temperaturas de 600 °C é apresentado na Figura 4.46.

Figura 4.46. Teste de hipótese em 600 °C para (a) PB0 e (b) PB15.



Fonte: O próprio Autor.

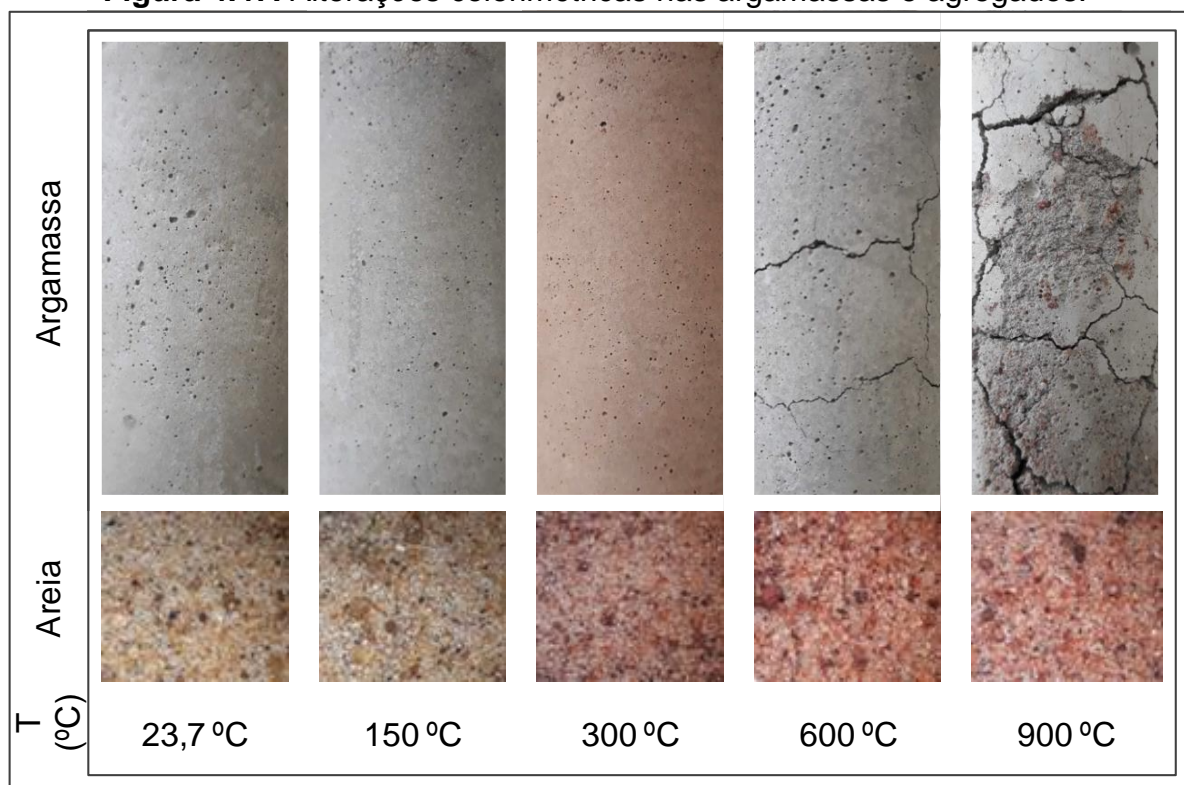
Aos 600 °C, tanto PB0 quanto PB15 parecem ter o mesmo comportamento verificado na Campanha Experimental I em que não somente as diferenças entre os módulos diferiram entre os regimes de resfriamento quanto os módulos residuais das amostras resfriadas bruscamente foram notadamente superiores aquelas que passaram por resfriamento escalonado.

Para as argamassas aquecidas a 900 °C não foi possível registrar os valores de módulo de elasticidade dada à fragilidade das amostras.

4.3.2.3 Mudança na coloração

Verificou-se que, em certos patamares, as argamassas apresentaram alterações de cor e textura, como visto na Figura 4.47.

Figura 4.47. Alterações colorimétricas nas argamassas e agregados.



Fonte: O próprio Autor.

Para a avaliação das alterações colorimétricas das argamassas e das partículas de agregados foi realizada a inspeção visual das amostras.

A mesma tendência de alterações que aconteceu na primeira Campanha Experimental foi percebida nas amostras independentemente da presença ou ausência do pó de basalto.

A 150 °C não é possível verificar alterações colorimétricas nas amostras de argamassa, contudo, as amostras de areia parecem ter adquirido tons mais escuros.

De modo geral as alterações de cor e textura passam a ser mais perceptíveis a partir de 300 °C, onde tanto a pasta quanto o agregado adquirem cores rosa escuro e vermelho.

Para o patamar de 600 °C, a pasta recuperou o aspecto cinza inicial, contudo, notou-se que as partículas de agregado continuam avermelhadas. Já aos 900 °C a argamassa parece estar esbranquiçada enquanto os agregados apresentam tons alaranjados e vermelhos mais intensos.

Wendt (2006) verificou que ao submeter o concreto às elevadas temperaturas durante 30 min a uma velocidade de 27,4 °C/min, as mudanças de cor

nos agregados siliciosos são perceptíveis próximo aos 400 °C, em que há um escurecimento da cor natural da areia, e notadamente a partir de 600 °C, onde as partículas de agregados adquirem tons alaranjados, sendo em 900 °C o patamar onde os agregados passaram a ter tons vermelhos mais intensos.

Pode-se dizer que a intensidade das alterações de cor na argamassa assim como no concreto está relacionada, entre outros fatores, à mineralogia dos seus agregados, à taxa de velocidade de aquecimento de ensaio, à temperatura alcançada no interior das amostras e ao tempo de exposição à máxima temperatura.

Ressalta-se ainda que em todas as amostras, aquelas cuja exposição às temperaturas ultrapassou 600 °C tornaram-se mais frágeis, apresentando fissuração intensa, aspecto pulverulento ou deslocamento parcial.

4.3.2.4 Considerações da Campanha Experimental III

A terceira Campanha Experimental teve como objetivo reproduzir a Campanha Experimental I, buscando investigar o efeito das temperaturas e dos regimes de resfriamentos em argamassas básicas em diferentes escalas.

Adicionalmente, buscou-se verificar a viabilidade da incorporação do pó de basalto como agente de proteção passiva frente às elevadas temperaturas.

Em escala microestrutural, a presença ou ausência dos cristais, a alteração das porosidades e os picos de perdas de massa foram avaliados. A nível macroestrutural, as argamassas foram ensaiadas em termos de resistência à compressão e módulo de elasticidade dinâmico. Assim, pode-se considerar:

De 23,7 °C até 150 °C não são percebidas grandes alterações da microestrutura das amostras, sendo os picos de perda de massa relacionados à eliminação parcial da água interna e da decomposição da AFt. Por consequência, verificou-se um aumento sensível da porosidade das amostras e uma redução de resistência à compressão residual.

Assim como na Campanha Experimental I, a AFt foi detectada acima de 150 °C apenas em amostras resfriadas bruscamente, sugerindo formação DEF.

Entre 150 °C e 300 °C os íons de sulfato e aluminato da etringita decomposta podem ter contribuído para uma formação adicional de C-S-H que foi

encontrado com menores aumentos de imagem. O efeito de autoclavagem interna também pode ter contribuído esta ocorrência.

O segundo pico de perda de massa foi iniciado próximo aos 400 °C e pode ser atribuído à volatilização da água de composição do CH.

De 300 °C a 600 °C foram encontrados cristais de CH em processo de decomposição. Nesse sentido, o efeito do resfriamento ficou mais evidente para esta faixa de temperatura, uma vez que o CH das amostras bruscamente resfriadas apresenta-se morfologia mais bem definida que os cristais encontrados nas argamassas resfriadas em regime escalonado.

Ainda para 600 °C um acréscimo das porosidades e a ocorrência do terceiro pico endotérmico de perda de massa foram verificados. Por consequência, há diminuição das propriedades residuais, independente da presença dos finos de basalto.

Aos 900 °C nenhuma das fases inicialmente presentes nas amostras não foram encontradas, com exceção daquelas resfriadas bruscamente em que as fases de AFt e CH foram detectadas.

A decomposição total dos produtos de hidratação, além da fissuração e do processo de fusão dos agregados pode ter contribuído para o aumento das porosidades e da perda total das propriedades residuais.

A alteração na coloração foi similar em todas as amostras, para cada uma das temperaturas, não sendo possível relacioná-la à variação das propriedades mecânicas residuais.

Quanto à adição do pó de basalto, a análise estatística revelou que este material não desempenhou um papel significativo quanto à manutenção das propriedades residuais.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho buscou conhecer/determinar os efeitos das elevadas temperaturas e dos regimes de resfriamento em argamassas básicas (com traço fixo de 1:3 e a/c variável) nas escalas micro e macroestrutural, bem como verificar a viabilidade da incorporação de finos de basalto na manutenibilidade das propriedades mecânicas residuais do material.

Em escala microestrutural, os ensaios de MEV, μ -CT, e TG/DTG foram empregados com finalidade de detectar a presença dos cristais em cada temperatura, registrar as alterações de porosidades sofridas pelas argamassas e determinar em quais temperaturas ocorreram os picos de perda de massa, respectivamente.

Na macroestrutura, os ensaios de resistência à compressão e de ultrassom revelaram como as propriedades residuais de resistência e módulo de elasticidade dinâmico são afetadas pelo aquecimento/resfriamento. Desse modo, a investigação apontou as seguintes conclusões:

No intervalo entre 23,7 °C e 150 °C, os principais eventos referem-se à eliminação parcial da água, com pico de perda de massa em 38 - 40 °C e ao processo de decomposição da etringita (AFt), com pico em 79 - 81°C. Contudo, é possível que parte da AFt tenha se mantido estável acima de 150 °C, uma vez que esse cristal foi detectado em todas as amostras, para esta faixa de temperatura. Outra possibilidade é a formação de DEF, que pode ter contribuído inclusive, para uma formação adicional de C-S-H, detectado apenas a partir de 150 °C.

A eliminação da água e a decomposição parcial da AFt fizeram com que a porosidade da argamassa aumentasse, resultando em um decréscimo dos valores residuais de resistência à compressão e módulo de elasticidade. Além disso, não se pôde precisar o papel do regime de resfriamento nesta faixa de temperatura.

De 150 °C a 300 °C, a AFt foi totalmente decomposta e a fase de C-S-H foi detectada com menores aumentos de imagem, possivelmente resultante do armazenamento de íons de sulfato e aluminato que foram liberados pela decomposição da AFt. Além disso, a condição de autoclavagem interna também contribuiu para a formação tardia de C-S-H. Durante a produção adicional, esta fase ocupa espaços inicialmente vazios e, por consequência, a porosidade das amostras

foi reduzida. Em escala macroestrutural, esses eventos refletiram-se em um acréscimo dos valores residuais de resistência à compressão.

Pontua-se ainda que nesta faixa de temperatura, todas as amostras submetidas ao regime de resfriamento brusco obtiveram melhores resultados.

De 300 °C a 600 °C, os cristais de CH já estão em processo de deterioração, sendo que o pico de perda de massa relacionado à decomposição desta fase foi registrado em 418 - 420 °C. A decomposição do CH é referendada pelo pico de perda de massa registrado em 607 °C que foi relacionado à produção de CaCO₃.

Verificou-se ainda que o efeito do regime de resfriamento ficou mais evidente nesta faixa de temperatura, uma vez que foram percebidas diferenças morfológicas nos cristais de CH e reidratação da AFt apenas nas amostras resfriadas em regime brusco. Como reflexo em escala macroestrutural, as amostras resfriadas bruscamente foram até 40% mais resistentes que aquelas resfriadas em regime escalonado.

Aos 900 °C as estruturas cristalinas presentes em temperatura ambiente foram completamente deterioradas, registrando-se, apenas cristais de CaCO₃, porém, apenas nas amostras resfriadas bruscamente, os cristais de AFt e CH foram detectados, reforçando a ideia de reidratação por contato com a água de resfriamento. Além disso, as amostras submetidas a estas temperaturas apresentaram os maiores percentuais de vazios internos, sendo estes relacionados ao aumento de porosidade e à fissuração.

Em escala macroestrutural, as amostras mantidas em 900 °C perderam praticamente toda a resistência à compressão, independente de a/c ou da incorporação de pó de basalto, sendo que as amostras resfriadas bruscamente se desintegraram ao contato com a água de resfriamento.

Registre-se ainda que nesta temperatura, para ambas as relações a/c e formas de resfriamento, o processo de fusão do agregado foi iniciado.

Ao longo do trabalho, observou-se que as alterações da coloração das amostras independem do regime de resfriamento, sendo relacionadas apenas às temperaturas máximas alcançadas, contudo há necessidade de maiores estudos sobre as mudanças químicas ocorridas neste material.

Pela análise estatística, concluiu-se que o pó de basalto não contribuiu significativamente na manutenção das propriedades residuais em escala

macroestrutural, desempenhando um papel mais considerável entre os regimes de resfriamento apenas para o módulo de elasticidade residual até os 300 °C.

Verificou-se ainda que a condição de aquecimento, alterada entre as Campanhas Experimentais I e II, não alterou significativamente os resultados das propriedades mecânicas das argamassas, sendo os resultados da Campanha Experimental II não significativos.

Conclui-se que o efeito das elevadas temperaturas em uma argamassa básica, tanto em escala micro quanto macroestrutural, é mais expressivo a partir de 300 °C e que o regime de resfriamento brusco é o mais adequado em praticamente todos os casos, sendo 900 °C a exceção. Além disso, este efeito pode ser mais ou menos intenso alterando-se a relação a/c do material.

Por fim, pontua-se que esta dissertação contribuiu para o conhecimento de como as temperaturas afetam as argamassas nas diferentes escalas. Contudo, é elementar que um trabalho científico não tenha fim em si mesmo e que futuros trabalhos sejam realizados a fim de corroborar com o entendimento sistêmico do problema analisado. Desta forma, sugere-se a realização de trabalhos acadêmicos cujos objetivos sejam:

Avaliar o papel dos agregados, miúdos e grãos, na manutenibilidade das propriedades mecânicas residuais dos materiais cimentícios;

Determinar quais são os tipos de proteção passiva mais indicados às argamassas em situação de incêndio.

Analisar o comportamento dos materiais cimentícios em elevadas temperaturas por meio de modelagem numérica, comparando estes resultados aos ensaios experimentais empregados.

6. BIBLIOGRAFIA

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5733: Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991.

_____. **NBR 5738**: concreto: procedimento para moldagem e cura de corpos-de-prova. Rio de Janeiro, 2015.

_____. **NBR 5739**: concreto: ensaios de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2007.

_____. **NBR 7181**: análise granulométrica de solos. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 7211**: agregado para concreto - Especificação. Rio de Janeiro, 2009.

_____. **NBR 12818**: concreto: determinação da difusividade térmica: método de ensaio. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 15220**: desempenho térmico de edificações parte 1: definições, símbolos e unidades. Rio de Janeiro, 2003.

_____. **NBR NM 45**: agregado miúdo: agregados: determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.

_____. **NBR NM 52**: agregado miúdo: determinação da massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro, 2001.

_____. **NBR NM 248**: agregados: determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ADAMOPOULOU, E. *et al.* How sulfates and increased temperature affect delayed ettringite formation (DEF) in white cement mortars. **Construction And Building Materials**, [S.l.], v. 25, p.3583-3590, mar. 2011.

AKATSU, A.; SATO, N. M. N. Propriedades termofísicas de materiais e componentes de construção. In: INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO, **Tecnologia de Edificações**. São Paulo: Pini, 1988.

ALMEIDA, J. M. A. **Comportamento em altas temperaturas e na reidratação de concretos convencional e com cinza de casca de arroz**. 2017. 344 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E119: standard test methods for fire tests of building construction and materials. Pennsylvania, 2000.

AUTIER, C. **Etude de l'aadjuvantation de patês cimentaires par différents polycarboxylates**: La mésostructure: um lien entre interactions organo-minérales et

propriétés macroscopiques. 2013. 224 f. Tese (Doutorado) - Curso de Chimie Et Physicochimie Des Matériaux, Université de Montpellier Ii, Montpellier, 2013.

BAMONTE, P.; GAMBAROVA, G. High-temperature resistance of self-consolidating concrete. **Proceedings...** ACI Spring Convention, 2010.

BAUER, L. A. F. **Materiais de construção**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1994. 935 p.

BERNARDES, E. E. *et al.* Characterization of test specimens produced in reduced size for X-ray microtomography (μ -CT) tests. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, [s.l.], v. 10, n. 5, p.1025-1041, set. 2017.

BESSEY, G. E. The visible changes in concrete or mortar exposed to high temperatures. In: Investigations on building fires, Part 2. National Buildings Studies, Technical Paper No. 4, p. 6-18, HMSO, London, 1950.

BRITISH STANDARD INSTITUTION. **BS 1881-Part 203**: Recommendations for measurement of velocity of ultrasonic pulses in concrete. London, 1986.

CALLISTER, W. D. **Ciências e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2002. 844 p.

CÁNOVAS, M. F. **Patologia e terapia do concreto armado**. Tradução Maria Celeste Marcondes; Carlos W. F. dos Santos; Beatriz Cannabrava. 1. ed. São Paulo: Pini, 1988. 522 p.

CAPONERO, J.; TENÓRIO, J. A. S. **Análises térmicas**. 2014. Disponível em <http://www.angelfire.com/crazy3/qfl2308/1_multipart_xF8FF_9_ANALISE_TERMIC_A_PMI-2201.pdf> Acesso em 01 nov. 2017.

CARNEIRO, A. M. P. **Contribuição ao estudo da influência do agregado nas propriedades de argamassas compostas a partir de curvas granulométricas**. 1999. 203 f. Tese (Doutorado) – Curso de Engenharia Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

CASTELLOTE, M. *et al.* Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. **Cement and Concrete Research**, [S.I.], v. 34, p.1633-1644, 2004.

CINCOTTO, M. A. Reações de hidratação e pozolânicas. In: ISAIA, G. C. (Org.). **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, 2011. cap. 11, p. 381-414.

CHOINSKA, Marta *et al.* Effects and interactions of temperature and stress-level related damage on permeability of concrete. **Cement And Concrete Research**, [s.l.], v. 37, n. 1, p.79-88, jan. 2007.

COELHO, N. A. *et al.* Influência das propriedades térmicas do concreto massa na análise da temperatura em estruturas de grandes dimensões, p. 1969-1981 . In: **In Proceedings of the 10th World Congress on Computational Mechanics** [= Blucher Mechanical Engineering Proceedings, v. 1, n. 1]. São Paulo: Blucher, 2014.

COELHO, N. A. **Métodos analíticos e numéricos para o estudo dos efeitos termomecânicos no concreto massa orientados às barragens de gravidade.** 2016. 302 f. Tese (Doutorado) - Curso de Construção Civil, Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

CÜLFIK, M. S.; ÖZTURAN, T. Effect of elevated temperatures on the residual mechanical properties of high-performance mortar. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 32, p. 809-816, jan. 2002.

DELHOMME, F.; AMBROISE, J.; LIMAM, A. Effects of high temperatures on mortar specimens containing Portland cement and GGBFS. **Materials and Structures**, [S.l.], v. 45, n. 11, p. 1685-1692, 6 jun. 2012.

DIAS, W.; KHOURY, G.; SULLIVAN, P. Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700°C (1292°F). **ACI Materials Journal**, [S.l.], v. 87, n. 2, p. 160–166, mar. 1990.

DJAKNOUN, S.; OUEDRAOGO, E.; BENYAHIA, A. A. Characterisation of the behavior of high performance mortar subjected to high temperatures. **Construction and Building Materials**, [S.l.], p.176-186, jan. 2012.

DOMINGUEZ. *et al.* Processamento de imagens microtomográficas de alta resolução na caracterização de amostras de argamassa leve. **Revista de Engenharia da Universidade Católica de Petrópolis**, Petrópolis, v. 11, n. 1, p.13-21, 2017.

DUARTE, T. J. S. **Técnicas de microscopia aplicadas a materiais de base cimentícia.** 2010. 226 f. Tese (Doutorado) - Curso de Materiais e Processos de Construção, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, 2010.

EL-DIDAMONY, H.; EL-RAHMAN, E.; OSMAN, R. M. Fire resistance of fired clay bricks–fly ash composite cement pastes. **Ceramics International**, [S.l.], v. 38, p. 201-209, 2012.

ESQUÍVEL, J. F. T. **Avaliação da influência do choque térmico na aderência dos revestimentos de argamassa.** 2009. 262 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Construção Civil, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

FARIA, E. F. **Predição da exotermia da reação de hidratação do concreto através de modelo termo-químico e modelo de dados.** 2004. 145 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio De Janeiro – COOPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

FERNANDES, J. S. **Caracterização microestrutural do espaço poroso de rochas do reservatório da bacia do Rio Tibagi por microtomografia de raios X.** 2009. 2010 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física, Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2009.

FERNANDES, B. *et al.* Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures: physico-chemical changes and analysis techniques. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, [s.l.], v. 10, n. 4, p.838-863, ago. 2017.

FU, Y. *et al.* Experimental study of micro/macro crack development and stress–strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 34, n. 5, p.789-797, maio 2004. Elsevier BV.

FURNAS CENTRAIS ELÉTRICAS S.A. **Concretos: Massa, estrutural, projetado e compactado com rolo**: ensaios e propriedades. v. 1. São Paulo: Pini, 1997.

GAWESKA, I. **Thermal behavior of high performance concretes at high temperature**: evolution of mechanical properties. 2005. 184 f. Tese (Doutorado) - Curso de Structures et Matériaux, Ecole des Ponts Paris tech, Paris, 2005.

GAUFFINET, S.*et al.* Observation directe de la croissance d'hydrosilicate de calcium sur des surfaces d'alite et de silice par microscopie à force atomique. **Comptes Rendus de L'académie Des Sciences - Series Iia - Earth And Planetary Science**, [s.l.], v. 327, n. 4, p.231-236, ago. 1998.

GOFORTH, B. R. *et al.* Spatial distribution and properties of ash and thermally altered soils After high-severity forest fire, southern California. **International Journal of Wildland Fire**, [S.l.], v. 14, p. 343-354, 2005.

HAGER, I. Colour Change in Heated Concrete. **Fire Technology**, [s.l.], v. 50, n. 4, p.945-958, 5 dez. 2012.

HAGER, I. Behaviour of cement concrete at high temperature. **Bulletin of the Polish Academy Of Sciences**, [S.l.], v. 61, p.1-10, 2013.

HARMATHY, T. Z. Design of concrete masonry walls for fire endurance. In: American Concrete Institute. Behavior of concrete under temperatures extremes. Detroit Michigan, 1973, p. 179-203.

HOPPE FILHO, J. **Sistema de cimento, cinza volante e cal hidratada: Mecanismo de hidratação, microestrutura e carbonatação do concreto**. 2008. 318 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil e Urbana, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

HUONG LE, T. T. **Étude multi-échelle du comportement thermo-hydro-mécanique des matériaux cimentaires**: Approche morphologique pour la prise en compte de la mésostructure. 2011. 2017 f. Tese (Doutorado) - Curso de Génie Civil, Université Paris-est, Paris, 2011.

INCROPERA, F.; DEWITT, D. **Fundamentos de Transferência de Calor**. [S.l.]: Prentice Hall, 1999. 650 p.

JENNINGS, H. M. Refinement to colloid model of C-S-H in cement: CM-II. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 38, n. 3, p. 275-289, 2008.

JUSSIANI, E. I. **Influência da energia na caracterização microestrutural de rochas por microtomografia de raios X**. 2012. 121 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Física, Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2012.

KHANDAKER, M.; HOSSAIN, A. High strength blended cement concrete incorporating volcanic ash: Performance at high temperatures. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 28, p. 535-545, 2006.

KHOURY G. Compressive strength of concrete at high temperatures: a reassessment. **Magazine of Concrete Research**, [S.l.], v. 44, n. 161, p. 291–309, 1992.

KIM, K. Y.; YUN, T. S.; PARK, K. P. Evaluation of pore structures and cracking in cement paste exposed to elevated temperatures by X-ray computed tomography. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 50, p. 34–40, 2013.

KURDOWSKI, W. **Cement and Concrete Chemistry**. [S.l.]: Springer, 2014. 712 p.

LIMA, R. C. A. **Investigação do comportamento de concretos em temperaturas elevadas**. 2005. 258 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2014. 782 p.

MENDES, A; SANJAYAN, J; COLLINS, F. Phase transformations and mechanical strength of OPC/Slag pastes submitted to high temperatures. **Materials And Structures**, [S.l.], v. 41, n. 2, p.345-350, 2007.

MORSY, *et al.* Behavior of blended cement mortars containing nano-metakaolin at elevated temperatures. **Construction and Building Materials**. v. 35, p. 900–905, 2012.

MOREIRA, A.C. **Análise da influência da morfologia porosa de implantes de titânio no processo de crescimento ósseo**. 2013. 157f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

NADEEM, A.; MEMON, S. A.; LO, T. Y. Evaluation of flyash and Metakaolin concrete at elevated temperatures through stiffness damage test. **Construction and Building Materials**, [S.l.], v. 38, p.1058-1065, 31 jan. 2013.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman Editora, 2016. 912 p.

ÖZKAN, Ö. Heat effects on cements produced with GBSF and SS additives. **Journal of Materials Science**, [S.l.], v. 41, n. 21, p. 7130-7140, 17 out. 2006. Springer Nature.

PASQUERO D. **Contribution à l'étude de la déshydratation dans les pâtes de ciment soumises à haute température**. Ph.D. thesis, ENPC, Paris; 2004.

PAULON, V.; KIRCHHEIM, A. P. Nanoestrutura e Microestrutura do Concreto Endurecido. In: ISAIA, G. C. (Org.). **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, 2011. cap. 16, p. 585-614.

PAVOINEA, A.; BRUNETAUD, X.; DIVET, L..The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation. **Cement And Concrete Composites**, S.I, v. 34, n. 4, p.521-528, abr. 2012.

PAZDERA, L. *et al.* Non-Linear Characteristics of Temperature Degraded Concrete at High Temperature. **Procedia Engineering**, [S.I.], v. 190, p. 100-105, 2017.

PENG G.; HUANG Z. Change in microstructure of hardened cement paste subjected to elevated temperature. **Construction and Building Materials**, [S.I.], v. 22, n. 4, p. 593–599, abr. 2008.

PIASTA, J.; SAWICZ, Z.; RUDZINSKI, L. Changes in the structure of hardened cement paste due to high temperature. **Matériaux et Constructions**, [S.I.], v. 17, n. 4, p. 291-296, jul. 1984. Springer Nature.

PICOLLOTO, A. M. **Utilização de métodos fototérmicos, fotoacústicos e gravimétricos para caracterização das propriedades termofísicas dos solos do estado do Paraná coletados nos horizontes ha e hb.** 2016. 163 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2016.

RASHAD, A. M.; ZEEDAN, S. R.A preliminary study of blended pastes of cement and quartz powder under the effect of elevated temperature. **Construction and Building Materials**, [S.I.], v. 29, p. 672-681, 2012.

ROBERT, F.; COLINA, H.; DEBICKI, G. A Durabilidade do Concreto Mediante ao Fogo. In: OLIVIER, J. P.; VICHOT, A. (eds.). **Durabilidade do Concreto: bases científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente.** IBRACON: São Paulo, 2014. p. 510-557.

SABEUR, H.; PLATRET, G.; VINCENT, J.**Composition and microstructural changes in an aged cement pastes upon two heating–cooling regimes, as studied by thermal analysis and X-ray diffraction.** Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry, [s.l.], v. 126, n. 3, p.1023-1043, 11 jul. 2016.

SAVVA, A., MANITA, P., SIDERIS, K. K. Influence of elevated temperatures on the mechanical properties of blended cement concretes prepared with limestone and siliceous aggregates. **Cement and Concrete Composites**, [S.I.], v. 27, n. 2, p. 239–248, 2005.

SCHAFER, M. **Análise da influência de elevadas temperaturas em revestimento de argamassa.** 2015. 130 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós- Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos, São Leopoldo, 2015.

SEZER, G. I.; SEZER, A.; YAZICI, Ş. Evaluation of high temperature effects on concrete-reinforcement bar bond using automated digital image processing. **Indian Journal of Engineering and Materials Sciences**, Izmir, v. 22, p. 581-586, 17 abr. 2015.

SHIN, K. *et al.* Thermo-physical properties and transient heat transfer of concrete at elevated temperatures. **Nuclear Engineering and Design**, [S.I.], v. 212, n. 1-3, p.233-241, mar. 2002.

SILVA, J. S.; SILVA, F. G. S.; GALLY, C. R.; GONCALVES, J. P.; ANDRADE, H. M. C.. **Reuse of catalytic residue from a FCC unit as cementitious material**. In: XII Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), 2013, Campos do Jordão.

SKANTZ, E. **Effect of elevated temperature on cement paste ageing**. 2014. 85 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Structural Engineering, Department Of Civil And Structural Engineering, Aalto University, Espoo, 2014.

SWITZER, C.; ZIHMS, S. G.; TARANTINO, A. Effects of high temperatures on soil properties: Lessons to share from smouldering remediation experience. **Flamma**, [S.l.], v. 6, p. 20-22, 2015.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford, 1997. 459 p.

TAYLOR, H. F. W.; FAMY, C.; SCRIVENER, K. L. Delayed ettringite formation. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 31, p. 683-693, 2001.

THOMAZONI, A. L. R.; TORRES, R. G.; SANTOS, R. **Medição da condutividade em uma amostra de alumínio**. 2010. 14 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande Do Sul, Porto Alegre. 2010.

TÜRKER, H. T. *et al.* Microstructural alteration of alkali activated slag mortars depend on exposed high temperature level. **Construction and Building Materials**, [S.l.], v. 104, p. 169-180, fev. 2016.

TUTIKIAN, B. F.; ISAIA, G. C.; HELENE, P. Concreto de alto e ultra-alto desempenho. In: ISAIA, G. C. (Org.). **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, 2011. cap. 36.

VU, T. **Caractérisation de la phase solide et transferts de gaz dans les milieux poreux insaturés. Etude expérimentale et modélisation appliquées à la diffusion de l'hydrogène dans les matériaux cimentaires**. 2009. 209 f. Tese (Doutorado) - Curso de Institut National Des Sciences Appliquées, Université Detoulouse, Toulouse, 2009.

VYDRA, V. *et al.* Effect of temperature on porosity of concrete for nuclear-safety structures. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 31, n. 7, p. 1023-1026, 2001.

WENDT, S. C. Análise da mudança de cor em concretos submetidos a altas temperaturas como indicativo de temperaturas alcançadas e da degradação térmica. 2006. 183 p. Dissertação (Mestrado em engenharia civil). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, Porto Alegre, 2006.

XIAO, J.; XIE M.; ZHANG C. Residual compressive behavior of preheated high-performance concrete with blast-furnace-slag. **Fire Safety Journal**, [S.l.], v. 41, p. 91–8, 2006.

XING, Z. *et al.* Influence of the nature of aggregates on the behaviour of concrete subjected to elevated temperature. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 41, p. 392-402, 2011.

XU Y. *et al.* Impact of high temperature on PFA concrete. **Cement and Concrete Research**, [S.I.], v. 31, p. 1065–73, 2001.

YAZICI, Ş.; SEZER, G.; ŞENGÜL, H. The effect of high temperature on the compressive strength of mortars. **Construction and Building Materials**, [S.I.], v. 35, p. 97-100, 31 out. 2012.

YU, J.; WENG, W.; YU, K. Effect of Different Cooling Regimes on the Mechanical Properties of Cementitious Composites Subjected to High Temperatures. **Scientific World Journal**, [S.I.], p. 213-289, 9 abr. 2014.

YUZER, N.; AKOZ, F.; OZTURK, L. D. Compressive Strength-Colour Change Relation in Mortars at High Temperature. **Cement and Concrete REseachs**, [S.I.], p. 1803-1807, 10 abr. 2004.

ZIHMS S.G. *et al.* Effects of high temperature processes on physical properties of silica sand. **Engineering Geology**, [S.I.], v. 164, p. 139-145, set. 2013.