

Artigo Técnico

Estratégias para análise mineralógica de concreto após exposição ao fogo

Strategies for mineralogical analysis of concrete after exposure to fire

Sérgio Soares de Lima^{ab*}, Fabiano Ferreira Chotoli^{ab},
Jilson Cardoso^a, Henrique Almeida Santana^{ac}

^a Laboratório de Materiais para Produtos de Construção, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

^b Mestre em Habitação: Planejamento e Tecnologia.

^c Doutor em Engenharia Civil

Palavras-chave: durabilidade, agregado graúdo, desempenho, análise mineralógica, termogravimetria.

Keywords: durability, coarse aggregate, performance, mineralogical analysis, thermogravimetry.

Resumo

Compreender as alterações químicas e mineralógicas que ocorrem no concreto após exposição a altas temperaturas, como em incêndios, é essencial para definir as medidas necessárias para garantir a estabilidade das estruturas construídas com esse material. Com o objetivo de contribuir para este campo de estudo, este trabalho investiga as modificações na mineralogia do concreto exposto a altas temperaturas, propondo uma metodologia simples e consistente para sua análise. A pesquisa abrange três tipos de concreto, produzidos com diferentes agregados (granítico, carbonático e seixo). As análises foram realizadas utilizando as técnicas de Difração de Raios X (DRX) e termogravimetria (TG/DTG), além da determinação do resíduo insolúvel (RI) por gravimetria. Variáveis como a profundidade do concreto em relação à face exposta ao fogo e o tipo de agregado impactaram os resultados obtidos. A combinação das técnicas DRX e TG/DTG forneceu uma análise mineralógica mais precisa para os concretos deste estudo.

Abstract

Understanding the chemical and mineralogical changes that occur in concrete after exposure to high temperatures, such as during fires, is essential to define the necessary measures to ensure the stability of structures built with this material. Aiming to contribute to this field of study, this work investigates the modifications in the mineralogy of concrete exposed to high temperatures, proposing a simple and consistent methodology for its analysis. The research covers three types of concrete, produced with different aggregates (granite, carbonate, and pebbles). The analyses were carried out using X-ray diffraction (XRD) and thermogravimetry (TG/DTG) techniques, as well as the determination of insoluble residue (IR) by gravimetry. Variables such as the depth of the concrete in relation to the fire-exposed surface and the type of aggregate impacted the results obtained. The combination of XRD and TG/DTG techniques provided a more precise mineralogical analysis for the concretes in this study.

1 Introdução

Quando o concreto é exposto a temperaturas elevadas, ocorrem diversas alterações físicas e químicas que comprometem suas propriedades mecânicas e capacidade estrutural (HANDOO *et al.*, 2002). A partir de 100 °C até cerca de 150 °C, ocorre a evaporação da água livre e da água capilar, que não está quimicamente ligada à matriz. Entre 150 °C e 200 °C, inicia-se a desidratação parcial do gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H), que compõe a maior parte da fase endurecida do cimento. Na faixa de 200 °C a 400 °C, essa desidratação se intensifica e ocorre também a decomposição da etringita, o que favorece o surgimento de microfissuras. Entre 400 °C e 550 °C, há uma decomposição significativa da portlandita, formando óxido de cálcio e liberando vapor d'água, o que resulta em perda substancial da resistência mecânica. A partir de 500 °C até cerca de 600 °C, ocorre intensa desidratação do C-S-H. Entre 600 °C e 800 °C, inicia-se a decomposição dos carbonatos presentes, principalmente o carbonato de cálcio (CaCO_3), gerando óxido de cálcio e dióxido de carbono (MENÉNDEZ *et al.*, 2012; FERNANDES *et al.*, 2017; MARTÍN-GARRIDO *et al.*, 2020).

A compreensão das alterações na mineralogia da matriz do concreto é fundamental para determinar a estabilidade da estrutura pós incêndio e a técnica de difração de raios X (DRX) é uma das ferramentas utilizadas para este tipo estudo. Nos últimos anos, a difração de raios X tornou-se uma das técnicas mais importantes para caracterizar sistemas de cimento Portland, destacando-se pela precisão dos resultados obtidos. Esta precisão deve-se aos avanços em detectores e softwares para este tipo de análise. As abordagens de quantificação evoluíram, passando de ajustes de picos únicos para métodos que utilizam perfis completos, como o método Rietveld (SNELLINGS *et al.*, 2014).

A caracterização mineralógica por DRX é uma técnica fundamental para analisar a composição mineral de materiais, como rochas, solos, produtos cimentícios e diversos outros compostos que contenham fases cristalinas. A DRX é uma das poucas metodologias capazes de identificar e quantificar com precisão as fases cristalinas presentes em um material. Cada mineral possui uma "assinatura" única de difração, o que permite a diferenciação entre diversos compostos, mesmo quando estão misturados, embora o aumento de diversas fases pode tornar mais complexa a análise. No entanto, é essencial nos seguintes estudos:

- Precisão na identificação e quantificação de fases cristalinas.
- Controle de qualidade e otimização de processos industriais.
- Estudo de transformações químicas e processos de degradação.
- Detecção de impurezas ou fases secundárias críticas para o desempenho do material.
- Desenvolvimento de novos materiais e verificação de propriedades finais.
- Geologia (identificação de minerais em rochas).
- Engenharia de materiais (caracterização de produtos cimentícios).
- Indústria cerâmica (controle de qualidade de matérias-primas).

No estudo de produtos cimentícios, é possível quantificar portlandita [$\text{Ca}(\text{OH})_2$], alita (C_3S), belita (C_2S), entre outros (ARANDA *et al.*, 2012). Esse conhecimento ajuda a prever o comportamento mecânico e a durabilidade de materiais cimentícios, principalmente após condições atípicas, conforme ocorre durante os incêndios. No entanto, quando empregada a análise mineralógica por difração de raios X (DRX) para a análise do concreto, verificam-se duas limitações que impactam na análise desse material: o material quartzoso e a quantificação inadequada da fase amorfa. O material quartzoso presente, proveniente dos agregados graúdo e miúdo, apresenta sinal intenso no difratograma (MIDDENDORF *et al.*, 2005), dificultando a interpretação das demais fases minerais.

A fase amorfa, formada majoritariamente de silicatos de cálcio hidratados (C-S-H), não é identificada totalmente, possivelmente, devido a formação de fase de C-S-H nanocristalina, polimorfos e/ou pela abordagem adotada na quantificação. Logo, resultará em uma superestimação das demais fases mineralógicas (SCRIVENER; SNELLINGS; LOTHENBACH, 2016).

Uma análise adequada da mineralogia de concreto produzido com materiais convencionais, não convencionais e/ou acometidos por manifestações patológicas, pode auxiliar, em conjunto com outras técnicas, para uma conclusão mais assertiva.

Neste sentido, o objetivo deste trabalho consiste em apresentar os resultados das análises mineralógicas por difração de raios X (DRX) de três diferentes tipos de concreto, produzidos com agregados graúdos distintos (granítico, carbonático e seixo), após um ensaio normatizado de exposição ao fogo. Com o auxílio da análise termogravimétrica (TG/DTG), a determinação do C-S-H do concreto é estimada por meio de cálculo estequiométrico e, em seguida, combinada com os resultados obtidos na análise mineralógica por DRX. Para validação, são comparados os resultados do C-S-H (obtidos pela DRX e TG) com os dados de resíduo insolúvel, ou seja, as fases mineralógicas não solúveis em ácido clorídrico (HCl).

2 Procedimento metodológico

Foram produzidos três traços de concreto, para posterior ensaio de exposição ao fogo e avaliação mineralógica. Os concretos foram produzidos com cimento tipo CP II F 32, agregado miúdo, agregado graúdo e água da rede de abastecimento público. Cada tipo de concreto foi produzido com um agregado graúdo específico, sendo: a) concreto com agregado granítico (CAG); b) concreto com agregado carbonático (CAC) e c) concreto com seixo rolado (CSR). A **TABELA 1** apresenta a proporção dos materiais de cada traço de concreto e a resistência à compressão (RC), aos 28 dias, estabelecida por meio da ABNT NBR 5739:2018.

O teste de resistência ao fogo, conforme a ABNT NBR 16965:2021, foi realizado em amostras de concreto com dimensões de corpos de prova prismáticos de 400 mm x 400 mm x 120 mm. Para este ensaio, as amostras foram posicionadas em um protótipo de alvenaria, com termopares fixados na face externa em três diferentes profundidades (30 mm, 60 mm e 90 mm), enquanto a segunda face estava exposta a um ambiente controlado de exposição ao fogo. A temperatura máxima alcançada pelo concreto aos 180 minutos de exposição foi determinada por meio da curva de temperatura versus tempo das amostras, sendo as medições realizadas em duplicata para as três profundidades do termopar.

Tabela 1 – Proporções dos materiais e resistência à compressão (RC) determinados para os três traços de concreto.

| Traço | Consumo de materiais (kg/m ³) | | | | | RC (MPa) |
|-------|---|---------|---------|-------|-------|----------|
| | Cimento | Brita 1 | Brita 0 | Areia | Água | |
| CAG | 290 | 577,1 | 403,1 | 878,7 | 211,7 | 18,1 |
| CAC | 290 | 577,1 | 403,1 | 878,7 | 211,7 | 19,8 |
| CSR | 290 | 977,3 | - | 878,7 | 211,7 | 20,8 |

Fonte: elaborado pelos autores

As análises foram realizadas com amostras de concreto extraídas das três profundidades (30 mm, 60 mm e 90 mm). O resíduo insolúvel foi determinado em ácido clorídrico (RI), conforme o método apresentado em Quarcioni (1998) e em IPT (1940). A análise por difração de raios X foi realizada de acordo com a ASTM C1365:2018, em amostra passante em peneira com abertura de malha de 45 μ m (ABNT n^o 325) e posteriormente cominuída em almofariz. Utilizou-se o difratômetro de raios X da Panalytical modelo Empyrean com detector PIXcel3D, operando no Módulo: BraggBretano HD, radiação K α do cobre com 45 kV – 40 mA e varredura (2 θ) de 6^o/min. A identificação dos compostos foi executada por

meio do software X-pert HighScore Plus da Panalytical e padrões difratométricos e de estruturas fornecidos pelo banco de dados Crystallography Open Database. Foi adicionado a cada uma das amostras 10% de Rutilo (TiO₂) utilizado como padrão para a quantificação de fases pelo método de Rietveld. Para a quantificação de fases no DRX utilizaram-se as fichas relacionadas na TABELA 2.

A análise termogravimétrica (TG/DTG) foi realizada de forma complementar, com o objetivo de permitir uma análise comparativa do teor de C-S-H determinado por DRX e, se necessário, possibilitar correções nas fases cristalinas identificadas. Para esta técnica, foi utilizado um equipamento TA Instruments SDT 2960, empregando-se material pulverizado até passar totalmente através da peneira ABNT N° 200 (75 µm). Utilizou-se no ensaio cadinho de alumina sem tampa, fluxo de gás de 60 mL/min de nitrogênio e taxa de aquecimento de 10°C/min até 1000°C.

Tabela 2 – Fases minerais identificadas.

| Fase mineralógica | Fórmula Geral | Código ICDD* |
|---|--|--------------|
| Quartzo | SiO ₂ | 98-009-0145 |
| Albita | Na(AlSi ₃ O ₈) | 98-008-7659 |
| Microclíneo | K(AlSi ₃ O ₈) | 98-008-3531 |
| Biotita | K(Fe ²⁺ /Mg) ₂ (Al/Fe ³⁺ /Mg/Ti)[(Si/Al/Fe) ₂ Si ₂ O ₁₀](OH/F) ₂ | 98-016-1232 |
| Calcita | CaCO ₃ | 98-016-9916 |
| Ortoclássio | K(AlSi ₃ O ₈) | 96-900-0305 |
| Hematita | Fe ₂ O ₃ | 98-016-1291 |
| Hornblenda | (Ca,Na) ₂₋₃ (Mg,Fe,Al) ₅ (Al,Si) ₈ O ₂₂ (OH,F) ₂ | 98-018-0556 |
| Anortita | Ca(Al ₂ Si ₂ O ₈) | 98-006-3547 |
| Dolomita | CaMg(CO ₃) | 98-017-1524 |
| Chamosita | (Fe ²⁺ ,Mg,Al,Fe ³⁺) ₆ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH,O) ₈ | 98-008-0080 |
| Portlandita | Ca(OH) ₂ | 98-007-3467 |
| Diópsido | CaMgSi ₂ O ₆ | 98-007-7185 |
| Rutilo (Adição em 10 % de padrão para a quantificação da fase amorfa) | TiO ₂ | 98-016-8140 |

*ICDD: International Center for Diffraction Data

Fonte: elaborado pelos autores.

3 Resultados e discussão

Na TABELA 3 são apresentados os resultados quantificados dos concretos pela DRX com a variação da exposição de temperatura entre 285 °C e 317 °C (Base), 396 °C e 434 °C (Interno), 617 °C e 640 °C (Topo). A transferência de calor no concreto é governada pela condução térmica entre átomos e moléculas do material, da região de alta temperatura para a região de baixa temperatura. A variação da temperatura para a mesma profundidade foi proporcionada, majoritariamente, pelas diferentes características físicas dos diferentes tipos de agregados graúdos, utilizados em cada concreto. Segundo Sollero *et al.* (2017), dois concretos com resistência mecânica similar, se produzidos com agregados de diferentes coeficientes de dilatação térmica, podem apresentar comportamentos distintos frente ao fogo.

Tabela 3 – Quantificação das fases minerais identificadas.

| Concreto | Profundidade | Resultados, em % | | | | | | | | | | | | |
|----------|----------------|------------------|--------|-------------|---------|---------|------------|----------|-------------|----------|----------|-----------|-------------|--------|
| | | Quartzo | Albita | Microclínio | Biotita | Calcita | Ortoclásio | Hematita | Hornoblenda | Anortita | Dolomita | Chamosita | Portlandita | Amorfo |
| CAG | Base (90 mm) | 56,2 | 19,8 | 14,3 | 3,0 | 1,2 | 0,7 | 0,2 | - | - | - | - | - | 4,5 |
| | Inter. (60 mm) | 54,7 | 20,1 | 14,0 | 3,7 | 1,8 | 0,3 | - | - | - | - | - | - | 5,2 |
| | Topo (30 mm) | 61,3 | 17,3 | 14,0 | 3,8 | 1,2 | - | 0,4 | - | - | - | - | - | 2,0 |
| CAC | Base (90 mm) | 53,4 | 4,9 | 4,3 | 3,9 | 15,6 | - | 0,7 | 2,0 | - | 1,8 | 1,9 | - | 11,5 |
| | Inter. (60 mm) | 48,6 | - | 3,1 | 9,0 | 12,4 | - | - | 5,3 | 11,8 | 2,7 | 2,0 | - | 4,8 |
| | Topo (30 mm) | 48,0 | 3,1 | 2,7 | 5,5 | 20,7 | - | - | 7,2 | - | 2,1 | 5,3 | 0,1 | 5,4 |
| CSR | Base (90 mm) | 81,9 | - | 3,7 | 0,4 | 5,4 | - | 0,4 | - | - | 0,8 | - | - | 7,4 |
| | Inter. (60 mm) | 78,0 | - | 2,9 | 0,2 | 7,4 | - | 0,4 | - | - | 0,7 | - | - | 10,4 |
| | Topo (30 mm) | 93,6 | - | - | 0,6 | 4,0 | - | - | - | - | - | - | 0,6 | 0,3 |

Fonte: elaborado pelos autores.

Destaca-se o elevado teor da fase mineralógica quartzo, provavelmente proveniente dos agregados graúdos e miúdos. Mesmo após o processo de preparação do material, o quartzo permanece presente na amostra analisada. Verifica-se também o baixo teor de amorfo para todas as amostras, resultado que diverge da literatura, considerando que o C-S-H, principal constituinte da fase amorfa de uma pasta de cimento, ocupa cerca de 60% da pasta (RIBEIRO, 2021). Além da interferência do agregado residual, os baixos teores de amorfo se devem, possivelmente, a formação de fase de C-S-H nanocristalina, polimorfos e/ou pela abordagem adotada na quantificação, resultando em uma superestimação das demais fases mineralógicas, conforme indicado em Scrivener *et al.* (2016). Visando a verificação e posterior correção dos resultados obtidos por DRX, foi determinada a perda de massa associada ao C-S-H por análise termogravimétrica, na faixa entre 25 °C e 225 °C e para apoiar estes resultados, também foi determinado o resíduo insolúvel por gravimetria, conforme apresentados na TABELA 4.

Tabela 4 – Resultados das determinações nas amostras de concreto.

| Concreto | Profundidade | Resultados, em % | |
|----------|----------------|---|---------------------------------|
| | | Perda de massa da água do C-S-H [TG/DTG na faixa de (25-225)°C] | Resíduo insolúvel (Gravimetria) |
| CAG | Base (90 mm) | 5,3 | 77,7 |
| | Inter. (60 mm) | 2,7 | 80,1 |
| | Topo (30 mm) | 4,3 | 78,5 |
| CAC | Base (90 mm) | 3,2 | 65,1 |
| | Inter. (60 mm) | 2,7 | 68,0 |
| | Topo (30 mm) | 2,5 | 61,5 |
| CSR | Base (90 mm) | 2,9 | 77,2 |
| | Inter. (60 mm) | 5,0 | 70,4 |
| | Topo (30 mm) | 1,9 | 78,8 |

Fonte: elaborado pelos autores.

Com os resultados da perda de massa da água do C-S-H [TG/DTG na faixa de (25-225)°C] foi possível determinar o teor de C-S-H por meio da **Equação 1**.

$$C-S-H_{\text{Estimado}} = P \times 5 \text{ em \%} \quad (1)$$

onde C-S-H estimado é o teor de C-S-H estimado a partir da análise termogravimétrica (TG/DTG/DTA), P é a perda de massa da água do C-S-H e a constante “5” é a relação estequiométrica entre o C-S-H (180 g/mol) pela perda de água do C-S-H (36 g/mol).

Considerando que a fase amorfa da pasta de concreto é majoritariamente constituída pelo C-S-H, utilizou-se o C-S-H estimado para recalculá-la cada fase mineral por meio da **Equação 2**. Outras fases podem estar contidas, porém em teores desprezíveis, tais como etringita, mono-carbonato, gipsita, água livre, estratlingita, gibbsita e hidratos de alumínio de cálcio.

$$FMR = FM \cdot \frac{100 - (C - S - H_{estimado})}{(100 - A)} \quad (2)$$

onde FMR é a fase mineral recalculada utilizando o C-S-H estimado em %, FM é a fase mineral (TABELA 2) em % e A é o teor de fase amorfa quantificada (TABELA 2), em %. Na TABELA 5 são apresentados os resultados recalculados.

Tabela 5 – Resultados recalculados da quantificação das fases minerais identificadas.

| Concreto | Profundidade | Resultados, em % | | | | | | | | | | | | |
|----------|----------------|------------------|--------|-------------|---------|---------|------------|----------|-------------|----------|----------|-----------|-------------|--------|
| | | Quartzo | Albita | Microclínio | Biotita | Calcita | Ortoclásio | Hematita | Hornoblenda | Anortita | Dolomita | Chamosita | Portlandita | Amorfo |
| CAG | Base (90 mm) | 43,3 | 15,2 | 11,0 | 2,3 | 0,9 | 0,5 | 0,2 | - | - | - | - | - | 26,5 |
| | Inter. (60 mm) | 49,9 | 18,3 | 12,8 | 3,4 | 1,6 | 0,3 | - | - | - | - | - | - | 13,5 |
| | Topo (30 mm) | 49,1 | 13,9 | 11,2 | 3,0 | 1,0 | - | 0,3 | - | - | - | - | - | 21,5 |
| CAC | Base (90 mm) | 50,7 | 4,7 | 4,1 | 3,7 | 14,8 | - | 0,7 | 1,9 | - | 1,7 | 1,8 | - | 16,0 |
| | Inter. (60 mm) | 44,2 | - | 2,8 | 8,2 | 11,3 | - | - | 4,8 | 10,7 | 2,5 | 1,8 | - | 13,5 |
| | Topo (30 mm) | 44,4 | 2,9 | 2,5 | 5,1 | 19,1 | - | - | 6,7 | - | 1,9 | 4,9 | 0,1 | 12,5 |
| CSR | Base (90 mm) | 75,6 | - | 3,4 | 0,4 | 5,0 | - | 0,4 | - | - | 0,7 | - | - | 14,5 |
| | Inter. (60 mm) | 65,3 | - | 2,4 | 0,2 | 6,2 | - | 0,3 | - | - | 0,6 | - | - | 25,0 |
| | Topo (30 mm) | 85,0 | - | - | 0,5 | 3,6 | - | - | - | - | - | - | 0,5 | 9,5 |

Fonte: elaborado pelos autores.

Na **TABELA 6** são apresentados os resultados recalculados do teor de amorfo (com e sem correção por TG/DTG) e os resultados de RI obtidos por gravimetria e por DRX (com e sem correção). Estimou-se o resíduo insolúvel pela DRX somando as seguintes fases minerais: quartzo, albita, microclíneo, ortoclásio, hornoblenda, anortita, chamosita e diopsídio.

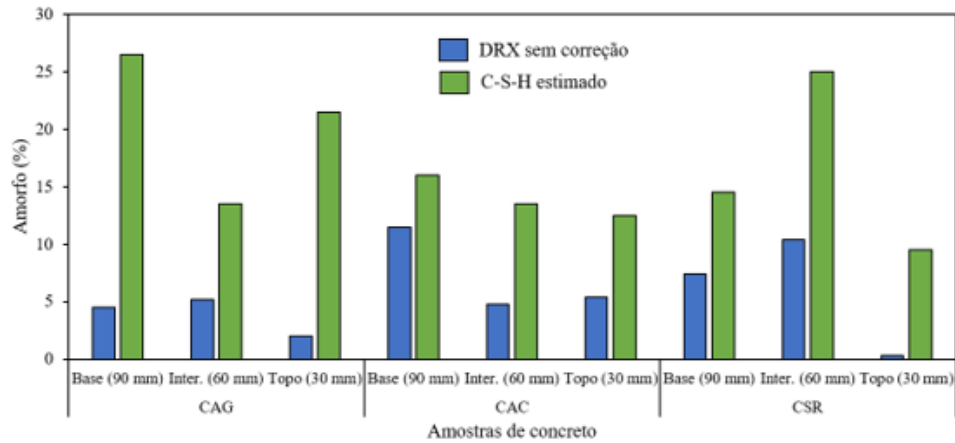
Tabela 6 – Comparação de resultado: teor de amorfo e resíduo insolúvel com e sem correção.

| Concreto | Profundidade | Amorfo, em % | | Resíduo Insolúvel, em % | | |
|----------|----------------|------------------|----------------|-------------------------|------------------|------------------|
| | | DRX sem correção | C-S-H estimado | Gravimetria | DRX sem correção | DRX com correção |
| CAG | Base (90 mm) | 4,5 | 26,5 | 77,7 | 94,0 | 72,3 |
| | Inter. (60 mm) | 5,2 | 13,5 | 80,1 | 92,8 | 84,7 |
| | Topo (30 mm) | 2,0 | 21,5 | 78,5 | 96,4 | 77,2 |
| CAC | Base (90 mm) | 11,5 | 16,0 | 65,1 | 70,4 | 68,7 |
| | Inter. (60 mm) | 4,8 | 13,5 | 68,0 | 79,8 | 77,3 |
| | Topo (30 mm) | 5,4 | 12,5 | 61,5 | 71,8 | 73,1 |
| CSR | Base (90 mm) | 7,4 | 14,5 | 77,2 | 86,0 | 79,4 |
| | Inter. (60 mm) | 10,4 | 25,0 | 70,4 | 81,1 | 67,9 |
| | Topo (30 mm) | 0,3 | 9,5 | 78,8 | 94,2 | 85,5 |

Fonte: elaborado pelos autores.

Em relação ao teor de fase amorfa (**FIGURA 1**), observa-se que os valores obtidos por análise termogravimétrica são superiores aos resultados determinados por difração de raios X (DRX). Este comportamento ocorre, como já é reconhecido na literatura e também confirmado na quantificação das fases cristalinas por DRX (**TABELA 3**), devido ao elevado teor de quartzo presente, majoritariamente, nas partículas de agregado residual e que não foi possível separar da fração da pasta de cimento analisada. Esse alto teor de quartzo pode induzir valores não reais do teor de fase amorfa da pasta de cimento. Neste sentido, os valores estimados por TG/DTG são mais precisos.

Figura 1 – Teores de amorfo dos concretos determinados por DRX (sem correção) e por C-S-H estimado com base nas análises de TG/DTG das pastas.



Fonte: elaborado pelos autores

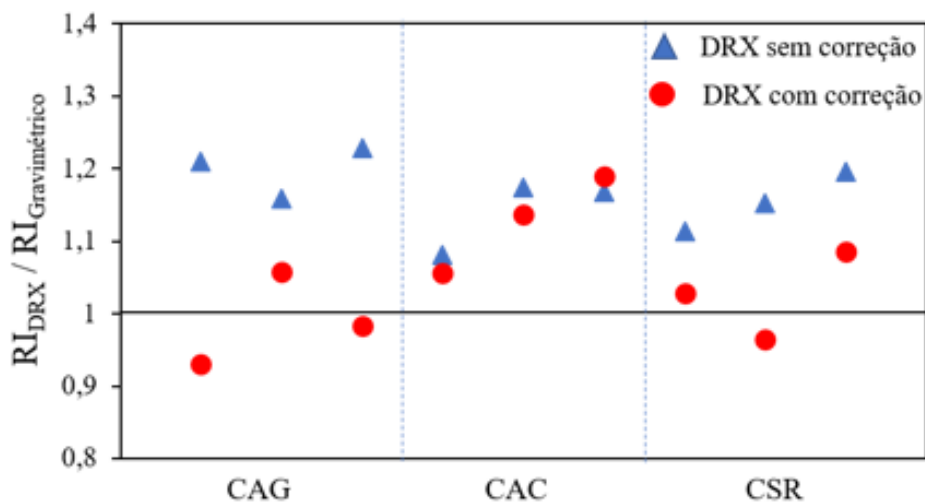
Verificaram-se variações nos resultados mineralógicos entre as diferentes amostras avaliadas. Essas variações ocorrem, possivelmente, por duas razões principais:

i) Os diferentes tipos de agregados graúdos utilizados, que, por apresentarem distintas características físicas — como distribuição granulométrica, porosidade, entre outras —, influenciam os gradientes de temperatura ao longo da seção das amostras. Por exemplo, a propagação do calor no concreto com agregado granítico não ocorre de forma análoga àquela observada no concreto com agregado carbonático ou com seixo rolado.

ii) para cada tipo de concreto, as amostras foram coletadas em profundidades diferentes. Ou seja, as amostras extraídas da região mais próxima do fogo podem apresentar, por exemplo, maior decomposição do C-S-H, em relação às amostras da face oposta, conforme foi constatado.

Em relação ao RI, com o objetivo de avaliar a efetividade da correção dos resultados obtidos por DRX em comparação aos resultados não corrigidos, a **FIGURA 2** apresenta a razão entre esses resultados e o RI determinado por gravimetria. Nessa análise, quanto mais próxima de 1 for a razão, maior a convergência entre as técnicas, evidenciando a efetividade do método.

Figura 2 – Razão entre os resultados de RI determinados pela análise de DRX (sem correção e com correção) e o RI determinado por gravimetria.



Fonte: elaborada pelos autores

Constatou-se então a efetividade da correção dos resultados obtidos por DRX, sendo que, em apenas um dos pontos avaliados, referente ao CAC, o valor do RI por DRX não corrigido se aproxima mais do valor do RI gravimétrico, em relação ao DRX com correção. Provavelmente, pequenas partículas desagregadas do agregado carbonático durante a preparação da amostra podem ter influenciado esse resultado.

4 Conclusões

Foram analisadas amostras de concreto produzidas com diferentes agregados e submetidas a ensaio de simulação de incêndio com o objetivo de determinar um procedimento adequado para a análise mineralógica do cimento hidratado do concreto.

Os diferentes tipos de agregados utilizados e a profundidade da amostra extraída são variáveis que afetam significativamente as quantificações realizadas, devendo ser cuidadosamente consideradas nas análises.

O teor da fase amorfa estimado pelo C-S-H, obtido por meio da análise TG/DTG, é consideravelmente superior ao valor obtido por DRX, sendo mais coerente com os valores conhecidos na literatura para a pasta de cimento.

Em relação ao Resíduo Insolúvel (RI), os valores obtidos pela análise de DRX, após correção com os resultados de TG/DTG, apresentam maior convergência com os valores obtidos por gravimetria, em comparação com os valores sem correção. A precisão da determinação gravimétrica sugere que a correção das fases mineralógicas utilizando TG/DTG é um caminho mais adequado.

Dessa forma, a análise mineralógica por DRX, associada à correção do teor de substâncias amorfas (determinado pelo C-S-H estimado via TG/DTG), representa uma metodologia promissora para a análise de matrizes de concreto após incêndio e também para concretos que não foram submetidos ao fogo.

5 Agradecimentos

Ao IPT pelo financiamento por meio de Projeto de Capacitação, aos colegas Rafael Francisco Cardoso dos Santos, Lucas Clementino do Nascimento, Roberto Ferreira de Lima e Edwin Miranda (definição e obtenção dos concretos), José Francisco de Paula, Daniel Polato Malvestuto e Kauane Silva Coutinho (ensaios químicos nos concretos), Manuel Antônio Pires Castanho e Mauro Kobo (calibração dos instrumentos), e Carlos Metzker e Írio Brogni (pelos ensaios de resistência ao fogo).

6 Referências

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), NBR 5739: Concreto – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos, Rio de Janeiro, 2018, 9p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), NBR 16965: Ensaio de resistência ao fogo de elementos construtivos - Diretrizes gerais, Rio de Janeiro, 2021, 47p.

ARANDA, M. A. G.; DE LA TORRE, A. G.; LEÓN-REINA, L. Rietveld quantitative phase analysis of OPC clinkers, cements and hydration products. **Reviews in Mineralogy and Geochemistry**, v. 74, n. 1, p. 169-209, 2012.

FERNANDES, B., GIL, A. M., BOLINA, F. L., & TUTIKIAN, B. F. Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures: physico-chemical changes and analysis techniques. *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, 10(4), 838-863, 2017.

HANDOO, S. K.; AGARWAL, S.; AGARWAL, S. K. Physicochemical, mineralogical, and morphological characteristics of concrete exposed to elevated temperatures. **Cement and concrete research**, v. 32, n. 7, p. 1009-1018, 2002.

MARTÍN-GARRIDO, M., MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S., PÉREZ, G., GUERRERO, A. M. Study of C-S-H dehydration due to temperature increase during fires. **Journal of Raman Spectroscopy**, v. 51, n. 11, p. 2318-2327, 2020.

MENÉNDEZ, E., VEGA, L., ANDRADE, C. Use of decomposition of portlandite in concrete fire as indicator of temperature progression into the material: Application to fire-affected builds. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, v. 110, n. 1, p. 203-209, 2012.

MIDDENDORF, B., HUGHES, J. J., CALLEBAUT, K., BARONIO, G., & PAPAYIANNI, I. Investigative methods for the characterisation of historic mortars—part 1: mineralogical characterisation. **Materials and Structures**, v. 38, p. 761-769, 2005.

QUARCIONI, V. A. **Reconstituição de traço de argamassas simples e mistas de cimento Portland e cal hidratada: atualização do método do IPT**. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. 1998, 188p.

RIBEIRO, D. V. **Princípios da ciência dos materiais cimentícios: produção, reações, aplicações e avanços tecnológicos**. Editora Appris, 2021.

SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. **A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials**. Boca Raton: Taylor & Francis Ltd, 2016. 540 p.

SNELLINGS, R.; SALZE, A.; SCRIVENER, K. L. Use of X-ray diffraction to quantify amorphous supplementary cementitious materials in anhydrous and hydrated blended cements. **Cement and Concrete Research**, v. 64, p. 89-98, 2014.

SOLLERO, M.B.S; PASSOS, L. PERROTTI, S.R. Resistência residual do concreto executado com diferentes tipos de agregado graúdo e exposto às altas temperaturas. **4º CILASCI – Congresso Ibero-Latino-Americano sobre Segurança contra Incêndio** Recife, Pernambuco, Brasil, 2017.

10.29327/2152495.9.28-1

