

Comportamento do concreto sob altas temperaturas via planejamento experimental fatorial com configuração estrela

Concrete behavior under high temperatures in factorial experimental design with star configuration

Leovegildo Douglas Pereira de Souza
Givanildo Alves de Azerêdo
Flávio de Andrade Silva

Resumo

Em virtude da necessidade de estudo a respeito da capacidade residual do concreto após situações de altas temperaturas, este trabalho apresenta o uso da metodologia do planejamento experimental fatorial com configuração estrela, formalmente denominado de delineamento composto central rotacional (DCCR), para o estudo da resistência à compressão de corpos de prova de concreto aquecidos em fornos. Com essa ferramenta, foram analisadas conjuntamente as variáveis relação água/cimento e temperatura, tomadas em cinco níveis distintos cada uma, conforme metodologia estatística predefinida. São utilizados ainda ensaios de termogravimetria que permitem comprovar os distintos níveis de dano para diferentes pontos da seção transversal e o efeito da carbonatação e reidratação no concreto. Além disso, foi detectada a existência de uma zona intermediária para qual a temperatura proporciona um incremento dos produtos de hidratação, permitindo a discussão da proteção de estruturas de concreto por meio do controle da relação água/cimento.

Palavras-chave: Planejamento fatorial. DCCR. Concreto. Altas temperaturas.

Leovegildo Douglas Pereira de Souza
Universidade Federal de Campina Grande
Pombal - PB - Brasil

Givanildo Alves de Azerêdo
Universidade Federal da Paraíba
João Pessoa - PB - Brasil

Flávio de Andrade Silva
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro
Rio de Janeiro - RJ - Brasil

Recebido em 14/07/16
Aceito em 23/04/17

Abstract

Motivated by the need for studies on the residual capacity of concrete after high temperature situations, this research study presents the use of the experimental design planning methodology with star configuration, formally denominated central composite rotatable design (CCRD), to study the compressive strength of concrete specimens heated in ovens. With the use of this tool, the variables water/cement ratio and temperature were analyzed together, taken each at five different levels, according to a predefined statistical methodology. We also used thermogravimetric tests that allow verifying the different levels of damage for different points of the cross section and the effect of carbonation and rehydration on the concrete. In addition, the study detected the existence of an intermediate zone at which the temperature increases the production of hydration products, leading to a discussion about the protection of concrete structures by controlling the water/cement ratio.

Keywords: Factorial design. CCRD. Concrete. High temperatures.

Introdução

Estruturas de concreto estão constantemente submetidas a situações adversas que podem comprometer sua qualidade e durabilidade. Uma das condições constantemente citadas na literatura técnica são as situações de altas temperaturas, sejam em ambientes industriais ou, especialmente, em casos de incêndios.

Assim, seja no desenvolvimento de concretos refratários ou no estudo de situações em que um aquecimento do concreto é possível, mesmo que improvável, o estudo das propriedades físicas e mecânicas residuais do material se torna importante para a validação ou rejeição de métodos construtivos e aplicações distintas.

O planejamento experimental fatorial, por sua vez, consiste em uma metodologia que envolve o processamento antes, durante e após a obtenção dos dados, o que permite definir com maior qualidade os níveis dos agentes quantitativos que são estudados. Permite também obter parâmetros estatísticos representativos das amostras analisadas, como erro e coeficiente de ajustamento, e, por fim, encontrar as curvas de ajustes da interação entre as variáveis nas respostas desejadas.

Assim, este trabalho analisa a capacidade residual de corpos de prova de concreto de desempenho normal submetidas às altas temperaturas utilizando a metodologia do planejamento fatorial com DCCR objetivando a verificação dessa ferramenta estatística na análise do processo de degradação do concreto por altas temperaturas e a comparação qualitativa desse modelo com os resultados microestruturais encontrados.

Fundamentação teórica

Concreto sob altas temperaturas

Comparado a outros materiais estruturais, o concreto apresenta uma série de vantagens quando em altas temperaturas, uma vez que mantém estabilidade dimensional e resistência por longo tempo, é estanque à propagação de fumaça e não exala gases tóxicos (BAMONT; GAMBAROVA, 2014).

É importante salientar ainda que o comportamento do concreto sob situação de incêndio depende da resposta individual dos seus materiais constituintes. Logo, este varia com o grau de hidratação, proporção água-ligantes, finos existentes, tipo de agregados, etc.

Em situações de altas temperaturas, o concreto sofre gradativa perda de resistência conforme o nível de temperatura atingido, tempo de exposição à alta temperatura, gradiente térmico e velocidade de

aquecimento. Schneider (1988) faz um apanhado do que se conhece sobre o comportamento de concretos de resistência normal e agregados graníticos com fases bem definidas. Em especial, enfatizam-se, neste estudo, as indicações de que as taxas de aquecimento menores que 10 °C/min e a dimensão do agregado graúdo pouco influenciam no processo. Ressalta-se ainda que quanto maior a proporção água/cimento, menor a perda de capacidade resistente percentual, fato justificado pela maior porosidade da matriz e consequente redução dos efeitos de sobrepressão e fissuração decorrente (BAMONT; GAMBAROVA, 2014).

Sabe-se ainda que entre 65 °C e 110 °C toda a água adsorvida que não tenha reagido com o cimento inicia o processo de evaporação. Em concretos de baixa porosidade, a rápida evaporação da água, associada a um fluxo lento dentro do concreto, causa aumento de pressão e consequente fissuração ou, em casos mais latentes, lascamento e explosões superficiais (MEHTA; MONTEIRO, 2008).

É de conhecimento ainda que a pasta de cimento hidratada começa a sofrer o desgaste químico a partir dos 200 °C com a redução das forças de Van der Waals (NEVILLE, 1997). A partir dos 300 °C a água interlamelar contida na formação do silicato de cálcio hidratado (tobermorita, C-S-H) inicia seu processo de evaporação (MEHTA; MONTEIRO, 2008) e, ao atingir 900 °C, toda a água interlamelar do C-S-H terá sido perdida, o que compromete significativamente a resistência do concreto.

Neste ínterim, a portlandita começa a desidratar em temperaturas em torno de 450 °C e a calcita sofre processo de quebra e liberação de dióxido de carbono quanto atinge níveis próximos de 700 °C.

A quebra da tobermorita é responsável direta pela perda de resistência do concreto e ainda é acompanhada pela redução de volume da pasta aumentando a fissuração. Além da redução da resistência nos estágios de temperatura citados, é de conhecimento ainda que o módulo de elasticidade do concreto é reduzido continuamente com o aumento da temperatura (NEVILLE, 1997).

Após a situação de incêndio, entretanto, o concreto pode iniciar seu processo de recuperação por meio da reidratação e consequente reconstituição da microestrutura.

Farage, Sercombe e Gallé (2003), por exemplo, exibem que concretos de resistência normal conseguem readquirir integralmente a sua porosidade inicial depois de aquecimentos de até 300 °C em apenas sete dias de reidratação em vapor úmido.

Também estudando o processo de recuperação microestrutural do concreto após situações de altas temperaturas, Henry, Darma e Sugiyama (2014) detectaram para concretos de alto desempenho a recuperação total da estrutura porosa em até 28 dias para corpos de prova submetidos a até 600 °C e em seguida recuperados submersos. O mesmo estudo ainda observa uma redução nos poros conectados para corpos de prova re-curados ao ar.

Ainda, Yan, Li e Wong (2007) apresentam o resfriamento lento e aumento contínuo da umidade como método auxiliar de recuperação de estruturas de concreto de alto desempenho submetidos às situações de altas temperaturas.

Nessa investigação, alguns ensaios e técnicas específicas são comumente utilizados, e uma dessas técnicas diz respeito aos métodos térmicos como termogravimetria (TG) e a diferencial da termogravimetria (DTG).

Nessa linha, utilizando a DTG para identificar as temperaturas de início e fim de cada processo de decaimento, pode-se identificar e quantificar numericamente a proporção de cada produto estudado, em especial deseja-se observar a proporção dos principais produtos hidratação (etringita, tobermorita, portlandita e calcita) e da água livre na matriz cimentícia (KHOURY, 2000).

Em estudos de verificação do processo de degradação de pastas de cimento sob altas temperaturas, Castellote *et al.* (2004) estudaram o comportamento das curvas de TG para dois tipos de cimento que diferem no seu teor de álcalis e chegam a conclusões de que utilizando o cimento com baixo teor de álcalis o decréscimo de portlandita durante o aquecimento é maior quando comparado ao do cimento com alto teor de álcalis quando, em contrapartida, os cimentos com alto teor de álcalis apresentam maior perda de calcita.

Outra ferramenta comumente utilizada nessa análise é a microscopia eletrônica de varredura que auxilia na visualização e identificação dos minerais compostos além de sua localização e possíveis anomalias morfológicas que possam servir como parâmetro de degradação.

Handoo, Agarwal e Agarwal (2002) estudam a microestrutura de concretos de resistência normal submetidos a diferentes níveis de temperatura por meio de imagens de MEV e vão detectando a quebra da tobermorita e portlandita conforme o nível de temperatura aumenta além do avanço desigual para as amostras de núcleo e à profundidade de 50 mm.

Em estudo análogo, Yan, Li e Wong (2007) estudam o comportamento de concretos de alto desempenho com agregados diferentes, seixos rolados e dolomíticos, sob altas temperaturas, e

detectam a formação de fissuras em blocos e a quebra das estruturas de tobermorita observando ainda o aumento da fissuração na zona de interface entre agregado e matriz.

Outras formulações a respeito do processo de degradação do concreto sob situação de incêndio constam na literatura e merecem citação no conhecimento técnico. El-Fitiany e Youssef (2014), Wu, Xiong e Wen (2014) e Zhai *et al.* (2014) apresentam separadamente modelos numéricos de propagação de calor e distribuição de temperatura em seções armadas de concreto sob situação de incêndio. Gernay, Millardb e Franssenc (2013) e Gernay e Franssenc (2015) além de apresentarem modelos constitutivos teóricos fazem suas aplicações em elementos estruturais, enquanto Annerel e Taerwe (2013) exibem a redução da resistência ao cisalhamento em lajes nervuradas de concreto armado submetidas a situações de incêndio e detectam a redução dos fatores de segurança encontrados na ligação entre colunas e lajes punccionadas em virtude da redução da capacidade do concreto além da baixa contribuição dos estribos nesse processo.

Outros estudos apresentam considerações a respeito da análise microestrutural do concreto submetido às altas temperaturas por meio de difração de raios X, termogravimetria, porosimetria por intrusão de mercúrio, microscopia eletrônica de varredura e difração de neutros, a exemplo de Castellote *et al.* (2004), Georgali e Tsakiridis (2015) e Ferreira (2014). Entretanto, tais pesquisas não abordaram conjuntamente as variáveis que são expostas neste trabalho.

Planejamento experimental DCCR

O planejamento experimental com delineamento composto central rotacional (DCCR) consiste em uma importante ferramenta para otimizar o aproveitamento dos resultados experimentais reduzindo o número de ensaios necessários para uma análise em um dado espaço amostral.

Apresentado inicialmente por Box, Hunter e Hunter (2005), essa metodologia de alternância entre as variáveis permite abordar um espaço amostral mais amplo com menor quantidade de experimentos.

O método tradicional de estudar muitas variáveis em diversos níveis individualmente “*one-at-a-time*” apresenta o inconveniente de não captar com precisão a interação entre as variáveis e de não explorar completamente o espaço amostral.

Outra metodologia consiste em abordar integralmente o espaço amostral, definindo níveis para todas as variáveis e estudando todas as combinações possíveis. Esta, por sua vez, apresenta

a desvantagem de ser onerosa, dado o grande número de ensaios necessários para observar todo o espaço amostral.

Desse modo, surge o delineamento composto central rotacional que consegue abordar com embasamento matemático-estatístico todo o espaço amostral com uma racionalização da quantidade de ensaios, captando a interação entre as variáveis.

Assim, o DCCR apresenta uma varredura cruzada dos principais pontos de interesse do espaço amostral, captando pontos dos vértices (referenciados por níveis -1 e 1), pontos centrais (referenciados por nível 0) e pontos extremos fora do espaço amostral inicial (referenciados por $-\alpha$ e $+\alpha$), mas que permitem obter relações quadráticas para todas as variáveis estudadas.

Ainda, a formatação da equação de ajuste quadrática das variáveis envolvidas fornece superfícies de resposta que constituem ferramenta útil na análise e interpretação dos resultados obtidos.

Materiais e métodos

O presente trabalho aborda o uso do planejamento experimental fatorial 2^2 mais configuração estrela (DCCR) para duas variáveis em corpos de prova de concreto estrutural. Foram moldados 29 corpos de prova cilíndricos de 10 cm x 20 cm, 10 deles não foram submetidos à variação de temperatura e serviram de parâmetro comparativo, enquanto outros 19 seguiram o modelamento via DCCR para a análise conjunta das variáveis envolvidas.

Ainda, dos corpos de prova foram retiradas amostras aquecidas e de referência para análise microestrutural por meio de ensaios de termogravimetria (TG e DTG) e microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Assim sendo, definidas duas variáveis ($k = 2$) na análise do processo de degradação do concreto, a saber, a relação água-cimento (a/c) e o nível de temperatura, o planejamento experimental DCCR inclui a definição dos níveis de estudo das variáveis, exibidos na Tabela 1.

Os níveis das variáveis foram definidos objetivando captar efeitos danosos ao concreto, a saber, partindo do nível de temperatura de 260 °C ($-\alpha$), toda a água adsorvida no concreto já evaporou e a ocorrência de *spalling* já pode ser detectada, além do início dos danos químicos, como a redução das forças de Van der Waals. Para os níveis mais elevados de temperatura no planejamento experimental, é possível detectar diferentes estágios da perda de água interlamelar e quebra gradual das cadeias de tobermorita.

No que diz respeito aos níveis da relação água-cimento, estes foram definidos com o objetivo de percorrer o espaço amostral partindo de um nível próximo a 0,35 (menor recomendado pela literatura técnica para hidratação do cimento no concreto) até um nível de 0,55 ($+\alpha$). Naturalmente, esse nível maior já permite uma elevada trabalhabilidade do concreto, assim como uma grande quantidade de água adsorvida, maior porosidade e, conseqüentemente, menor resistência.

Concreto

O concreto utilizado neste trabalho objetiva representar o de desempenho normal com areia média e agregado graúdo granítico de dimensão nominal 19 mm.

As propriedades físicas dos agregados, determinadas conforme as normas brasileiras, a saber, a NBR NM 45: agregados: determinação da massa unitária e volume de vazio (ABNT, 2006), NBR NM 52: agregados: determinação da massa específica e massa específica aparente (ABNT, 2002), NBR NM 53: agregado graúdo: determinação da massa específica, massa específica aparente e absorção de água (ABNT, 2003a) e NM NBR NM 248 (ABNT, 2003b): agregados: determinação da composição granulométrica, estão apresentadas na Tabela 2 e Figura 1.

No processo de dosagem do concreto, foi utilizado o método do empacotamento para determinar a proporção adequada entre os agregados, obtendo a proporção igualitária como ideal, conforme exibido na Figura 2.

Tabela 1 – Variáveis e seus níveis

	$-\alpha$	-1	0	+1	$+\alpha$
Temperatura (°C)	260	300	400	500	540
a/c	0,385	0,41	0,47	0,53	0,55
$\alpha = 2^{k(1/4)} \rightarrow \alpha = 1,4142$					

Tabela 2 – Propriedades dos agregados

	Massa específica (γ) (kg/m ³)	Massa unitária (μ) (kg/m ³)
Areia média	2560	1630
Brita 19	2770	1550

Figura 1 – Granulometria dos agregados

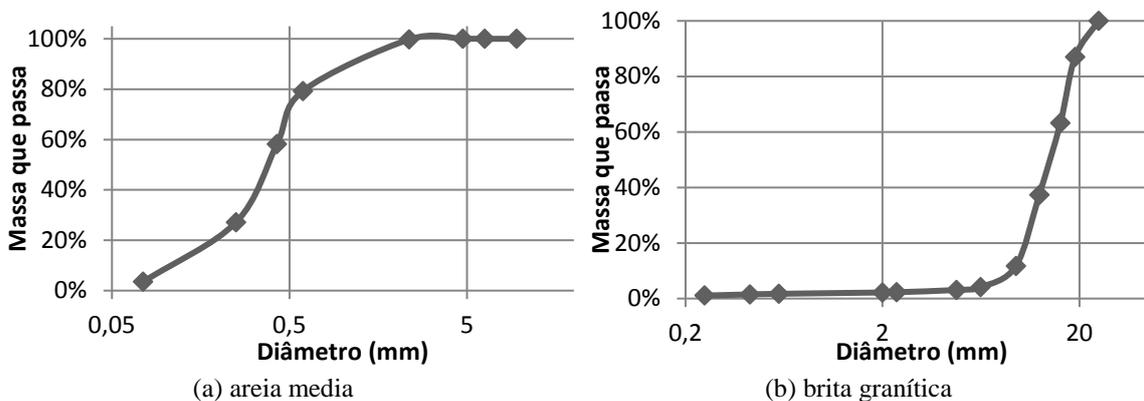
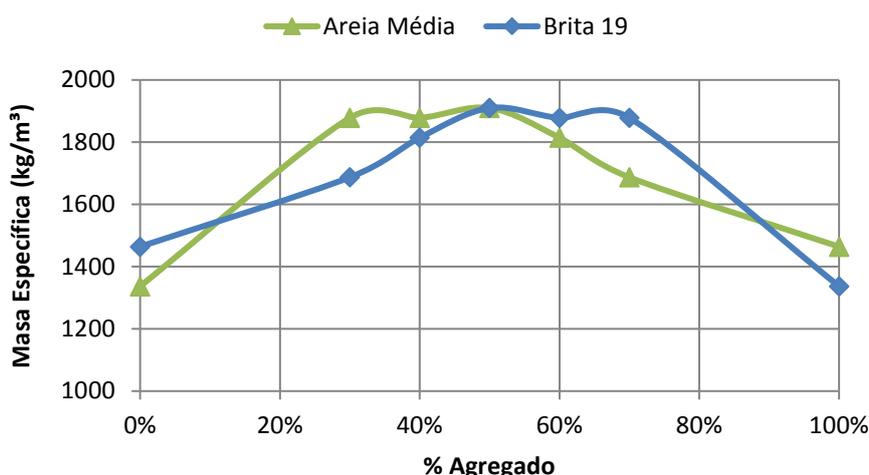


Figura 2 – Empacotamento dos agregados



Por fim, escolheu-se o traço 1 : 2 : 2 (cimento : areia : brita) como o ideal com os níveis de água-cimento predefinidos para resistências normais da ordem 20 MPa ~ 45 MPa.

A fim de permitir a trabalhabilidade, para os níveis $-\alpha$, -1 e 0 de água-cimento (0,385, 0,41 e 0,47, respectivamente) acrescentou-se aditivo superplastificante (ADVA 565 – Grace).

Para este estudo foi utilizado o cimento do tipo CP-II-E-32.

Após o processo de moldagem, os corpos de prova foram submetidos à cura submersa por 28 dias seguidos de mais 28 dias de secagem à temperatura ambiente.

Processo de aquecimento e testes de compressão

O aquecimento dos corpos de prova foi feito em fornos elétricos cuja curva de aquecimento é exibida na Figura 3. Observe-se que a taxa de aquecimento atinge maior valor para estágios iniciais (até 250 °C) e que se torna gradualmente mais lento conforme a temperatura aumenta. Porém, para os estágios de temperatura desejados e de influência crítica na qualidade do concreto, a taxa de aquecimento permanece abaixo de 10 °C/min, não apresentando influência significativamente negativa no processo (BAMONT; GAMBAROVA, 2014).

Os corpos de prova foram submetidos ao aquecimento nos fornos com a temperatura nominal do nível configurada na programação do forno. Atingida a temperatura desejada, o forno permaneceu ainda ligado com temperatura constante por um período de 60 minutos, objetivando homogeneizar a temperatura na superfície das peças e minimizar a influência da forma de aquecimento (taxa) para cada uma (XIAOA; KÖNIGB, 2004).

Após o período de 60 minutos, o forno foi desligado e aberto até que os corpos de prova se resfriassem a temperatura ambiente. Após 24 horas de resfriamento foram enfim retirados dos fornos e ensaiados à compressão simples, conforme parâmetros da NBR 5739: concreto: ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos, em prensa devidamente calibrada (ABNT, 1994). A

velocidade utilizada nos ensaios foi de aproximadamente 0,5 MPa/s e não foram verificados parâmetros de deformação dos corpos de prova. Apenas a carga de ruptura foi aferida. A Figura 4 exibe a prensa utilizada e o posicionamento do corpo de prova.

Os referidos períodos e procedimentos de aquecimento, resfriamento e ensaio foram baseados em estudos análogos relatados na literatura técnica, como Poon *et al.* (2001), Schneider (1988) e Khoury (2000).

Análise DCCR

Os resultados da resistência à compressão simples do concreto foram analisados via DCCR por meio do software *Statistica 8.0e* e comparados aos valores de referência dos corpos de prova não aquecidos.

Figura 3 – Forno e curva de aquecimento

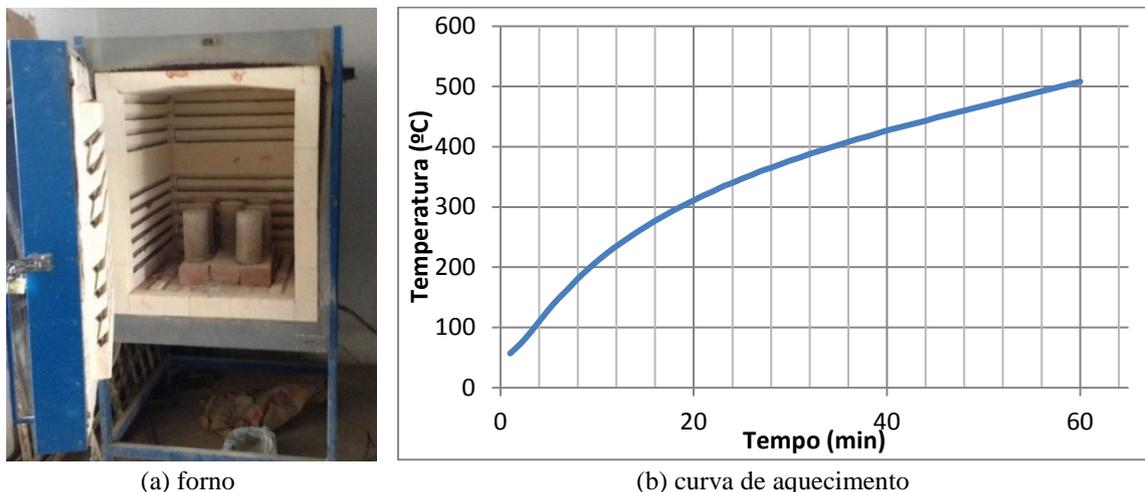


Figura 4 – Prensa para testes de compressão



Parâmetros microestruturais

Dos corpos de prova foram retiradas amostras que, após preparadas (pulverização e peneiramento na malha #200), foram encaminhadas para análise de termogravimetria.

Foram escolhidos corpos de prova aquecidos a 260 °C ($-\alpha$), 400 °C (0) e 540 °C ($+\alpha$) além de uma amostra de referência que não foi aquecida, nesse caso todos com relação a/c igual a 0,47 (0). Para cada corpo de prova escolhido foram retiradas amostras da superfície externa e do interior para comparação e verificação da propagação de calor da superfície para o centro.

Os ensaios de termogravimetria foram realizados em um equipamento Mettler-Toledo DSC/TGA 1 Star System com faixa de temperatura definida entre 25 e 1.000 °C, a uma taxa de 10 °C/min e atmosfera do forno de gás nitrogênio.

Assim, é possível analisar para cada nível de temperatura atingida no concreto as implicações na estrutura química e, por meio da identificação de quais componentes sofreram decomposição térmica, detectar o nível de degradação do material para cada temperatura.

Resultados e discussões

Dez dos corpos de prova moldados foram utilizados como controle de qualidade do concreto e verificação da resistência à temperatura ambiente, cujos resultados de referência são exibidos na Tabela 3.

Utilizando 19 corpos de prova submetidos às altas temperaturas para análise DCCR, os resultados obtidos para a resistência à compressão são exibidos na Tabela 4.

Tabela 3 - Resultados de referência para corpos de prova não aquecidos

CP	a/c	Resistência (MPa)	Média (MPa)
1	$-\alpha$	0,385	54,90
2	$-\alpha$	0,385	
3	-1	0,41	43,27
4	-1	0,41	
5	0	0,47	32,87
6	0	0,47	
7	+1	0,47	28,66
8	+1	0,47	
9	$+\alpha$	0,55	26,65
10	$+\alpha$	0,55	

Tabela 4 – Testes de compressão simples para corpos de prova aquecidos

	#	a/b	Temperatura (°C)	Resistência (MPa)		
Original	1	-1	0,41	-1	300	41,34
	2	-1	0,41	+1	500	35,48
	3	+1	0,53	-1	300	31,91
	4	+1	0,53	+1	500	21,35
	5	$-\alpha$	0,385	0	400	47,08
	6	$+\alpha$	0,55	0	400	29,22
	7	0	0,47	$-\alpha$	260	38,22
	8	0	0,47	$+\alpha$	540	22,37
Réplicas	9	-1	0,41	-1	300	45,52
	10	-1	0,41	+1	500	33,80
	11	+1	0,53	-1	300	35,22
	12	+1	0,53	+1	500	24,54
	13	$-\alpha$	0,385	0	400	43,97
	14	$+\alpha$	0,55	0	400	27,54
	15	0	0,47	$-\alpha$	260	33,12
	16	0	0,47	$+\alpha$	540	23,38
Pontos Centrais	17	0	0,47	0	400	35,87
	18	0	0,47	0	400	36,74
	19	0	0,47	0	400	33,31

Comparando as Tabelas 3 e 4 é possível observar que, em alguns casos, houve ganho de resistência, conforme os resultados exibidos na Tabela 5.

A análise dos dados da Tabela 5 permite inferir que existe uma região intermediária de temperaturas em que o concreto tem sua resistência aumentada.

Muitos estudos na literatura já relatam essa região, a exemplo de Khoury (2000). Entretanto, a zona de aumento de resistência observada é variável de acordo com o tipo de concreto (relação água/cimento), chegando à ordem de 400 °C, o que contradiz estudos anteriores de Schneider (1988) e Xiaoa e Königsb (2004), cujas regiões de aumento de temperatura não excedem 300 °C, e outros como Morales, Campos e Fagnello (2011), que nem sequer detectam essa variação positiva de resistência para as mesmas faixas de temperatura aqui analisadas.

Estudos como esse, entretanto, não consideraram a variação do tipo de concreto e as alterações microestruturais relatadas para as faixas de temperatura que envolvem o parâmetro de água livre na matriz. Disso é possível inferir que há uma relação entre essa zona de aumento de resistência e a quantidade de água na matriz de cimento.

É notado que os ganhos mais expressivos de resistência ocorrem para uma relação a/c a partir de 0,47 e temperaturas entre 300 e 400 °C.

É coerente prever então que para tais faixas de temperatura o aquecimento tenha atuado como catalisador das reações de hidratação do cimento e formação de produtos de maior resistência como a tobermorita e a portlandita. É importante observar que os ensaios foram feitos para uma idade do

concreto de apenas 56 dias, o que se permite inferir que tal efeito é possível.

É possível ainda que o ensaio, por ser realizado na condição resfriada, pode ter permitido o início das reações de reidratação, o que favorece a ocorrência de resistências maiores do que as que seriam encontradas ao ensaiar os corpos de prova ainda aquecidos.

Análise DCCR

Prosseguindo a análise, partiu-se para o processamento dos dados em DCCR por meio do *software Statistica 8.0*.

Por intermédio da regressão não linear dos dados experimentais do planejamento DCCR, foram calculados os coeficientes da equação do modelo matemático.

É importante observar que as equações de regressão quadrática foram tomadas para as variáveis parametrizadas. Dessa forma, as variáveis relação água/cimento (a/c) e temperatura (T) tiveram seus valores substituídos e ajustados a um intervalo que varia de $-\alpha$ a $+\alpha$ (equivalente à matriz de planejamento, chamada de variável codificada). Isso é comum para facilitar a análise dos coeficientes de regressão.

Assim, com tal modelo, foi obtida a Equação 1 de ajuste para as variáveis:

$$R = 35,3067 - 11,4517.(a/c) + 1,9121.(a/c)^2 - 9,3762.(T) - 5,7679.(T)^2 - 0,9150.(a/c).(T) \quad \text{Eq. 1}$$

Onde R representa a resistência obtida, a/c a relação água/cimento e T a temperatura.

Tabela 5 - Comparação entre os corpos de prova aquecidos e de referência

#	a/c		Temperatura (°C)		Aquecidos (MPa)	Referência (MPa)	Variação
1	-1	0,41	-1	300	43,43	43,27	0,35%
2	-1	0,41	+1	500	34,64	43,27	-19,96%
3	+1	0,53	-1	300	33,57	28,66	17,13%
4	+1	0,53	+1	500	22,95	28,66	-19,92%
5	$-\alpha$	0,385	0	400	45,53	54,90	-17,07%
6	$+\alpha$	0,55	0	400	28,38	26,65	6,51%
7	0	0,47	$-\alpha$	260	35,67	32,87	8,52%
8	0	0,47	$+\alpha$	540	22,88	32,87	-30,41%
Pontos centrais	0	0,47	0	400	35,31	32,87	10,46%

Também por meio da análise DCCR no *software Statistica 8.0* foram obtidos os parâmetros de análise de variância para a equação de ajuste exibidos na Tabela 6.

Note-se que o coeficiente de determinação foi de 95,24% de ajuste dos pontos à curva. É importante notar ainda que para um nível de confiança de 95% ($\alpha = 5\%$, valor convencional no âmbito acadêmico) o teste p permite concluir que as variáveis com valor p maior que 0,05 não apresentam significância estatística. Dessa forma, a exclusão dos parâmetros água/cimento quadrático $[(a/c)^2]$ e da interação linear entre eles $[(a/c)x(T)]$ gera uma equação mais simples e sem grandes perdas de qualidade de ajuste. Considerando isso, a Equação 2 exibe essa expressão reparametrizada com coeficiente de ajuste de 93,30%:

$$R = 36,5304 - 11,4517.(a/c) - 9,3762.(T) - 6,7622.(T)^2 \tag{Eq. 2}$$

É importante citar que o teste qui-quadrado para um nível de confiança de 95% confirma que os desvios não são significativos.

Analogamente, o teste de Kolmogorov-Smirnov apresentado na Tabela 7 fornece uma diferença máxima absoluta de 0,148081, inferior ao valor crítico de 0,3120 para a amostra e nível de confiança adotados, o que permite a crença na normalidade dos dados.

A Equação 2, por sua vez, gera os parâmetros de análise de variância exibidos na Tabela 8.

Com a Equação 2 de ajuste é possível observar a superfície de resposta exibida na Figura 5.

Tabela 6 - Análise de variância

Variável	S.Q.	G.L.	Q.M.	F	p
(a/c)	524,563	1	524,5632	135,8283	0,000000
(a/c) ²	7,020	1	7,0196	1,8176	0,200617
(T)	351,654	1	351,6537	91,0558	0,000000
(T) ²	63,876	1	63,8762	16,5398	0,001333
(a/c) x (T)	1,674	1	1,6744	0,4336	0,521731
Erro	50,205	13	3,8620		
Falta de Ajuste	3,371	3	1,1237	0,2399	0,866537
Erro Puro	46,834	10	4,6834		
Total	1055,452	18			
R ²	0,95243				

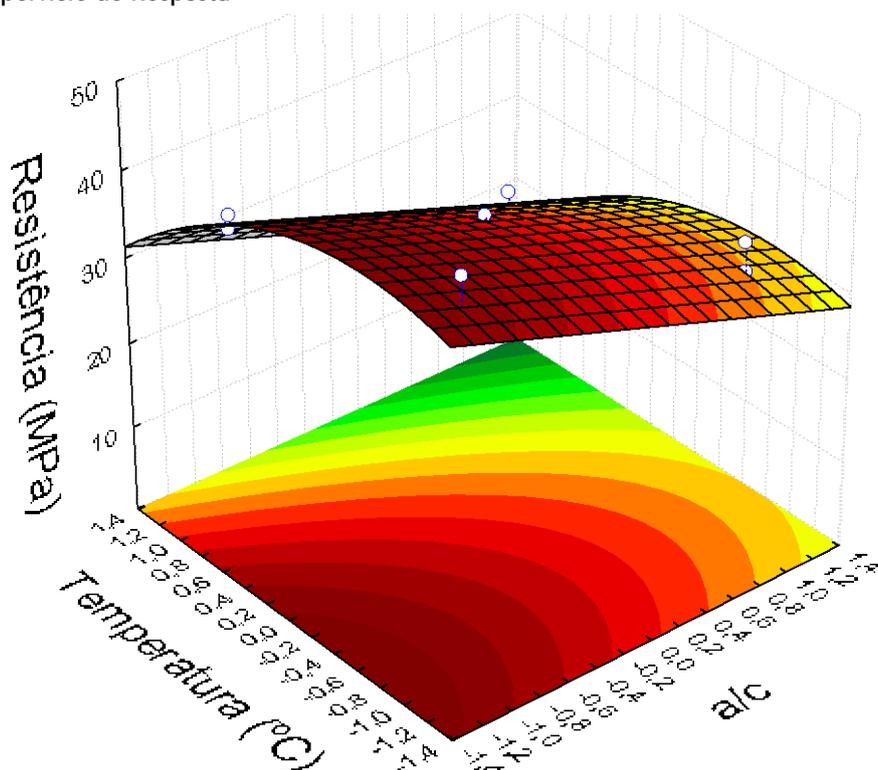
Tabela 7 - Teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov

	Frequência observada	F _n (x)		F(x)		
		Observada cumulativa (%)	Frequência esperada	Cumulativa esperada (%)	F _n (x) - F(x)	F(x) - F _n (x-1)
< 20	0	0,0000	0,702540	3,6976	0,007025	0,0370
22	1	5,2632	0,504696	6,3539	0,004953	0,0635
24	2	15,7895	0,750094	10,3017	0,012499	0,0504
26	1	21,0526	1,041698	15,7844	0,000417	0,0001
28	1	26,3158	1,351790	22,8990	0,003518	0,0185
30	1	31,5789	1,639146	31,5261	0,006391	0,0521
32	1	36,8421	1,857238	41,3011	0,008572	0,0972
34	3	52,6316	1,966343	51,6502	0,010337	0,1481
36	3	68,4211	1,945326	61,8888	0,010547	0,0926
38	1	73,6842	1,798321	71,3536	0,007983	0,0293
40	1	78,9474	1,553401	79,5294	0,005534	0,0585
42	1	84,2105	1,253838	86,1286	0,002538	0,0718
44	1	89,4737	0,945671	91,1058	0,000543	0,0690
46	1	94,7368	0,666469	94,6135	0,003335	0,0514
48	1	100,0000	0,438894	96,9235	0,005611	0,0219
< ∞	0	100,0000	0,584535	100,0000	0,005845	0,0000
					0,012499	0,148081
					d	0,148081
					d _{crítico}	0,3120

Tabela 8 - Análise de variância retirando fatores estatisticamente não significativos

Variável	S.Q.	G.L.	Q.M.	F	p
(a/c)	524,563	1	524,5632	133,5910	0,000000
(T)	351,654	1	351,6537	89,5559	0,000000
(T) ²	120,335	1	120,3351	30,6458	0,000057
Resíduo	58,900	15	3,9266		
Falta de Ajuste	12,065	5	2,4131	0,5152	0,759552
Erro Puro	46,834	10	4,6834		
Total	1055,452	18			
R ²	0,93303				

Figura 5 - Superfície de Resposta



É interessante ainda observar graficamente as respostas em uma projeção das curvas de nível conforme a Figura 6.

É importante lembrar que os eixos das Figuras 5 e 6 exibem as variáveis temperatura (T) e relação água/cimento (a/c) reparametrizadas para o intervalo unitário conforme equivalência da Tabela 1.

De uma maneira gráfica, o diagrama de Pareto exibido na Figura 7 ajuda a visualizar a ordem de influência de cada variável no processo.

Observe-se inicialmente que a variável de maior influência no processo é a relação água/cimento, confirmando o conhecimento técnico habitual de

que quanto maior o a/c menor a resistência do concreto. Nesse caso, sua preponderância sobre a temperatura indica que os níveis de aquecimento utilizados não foram suficientes para que, em níveis menores de a/c, a alta densidade da matriz cimentícia gerasse uma maior fissuração, ou mesmo que a duração da carga térmica foi insuficiente.

É de se notar também que a ausência dessa sobrepressão elevada, em virtude dos parâmetros de porosidade, fez com que não ocorresse, mesmo sob as temperaturas mais altas, o efeito *spalling*.

Merece atenção ainda o fato de que o aspecto da superfície de resposta confirma a previsão de que as menores resistências residuais ocorrem para os maiores níveis de a/c e maiores temperaturas.

Figura 6 - Curva de nível da superfície de resposta

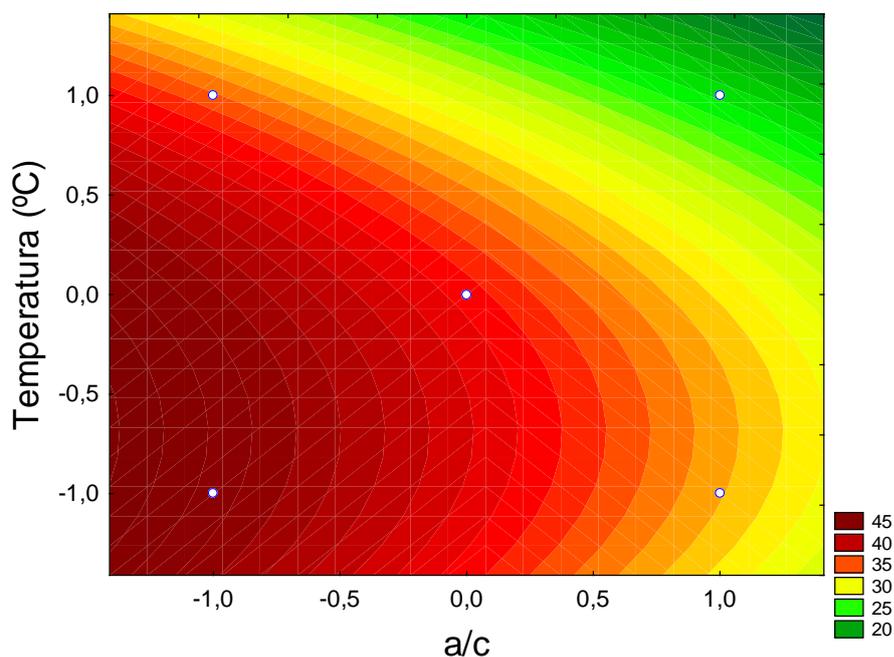
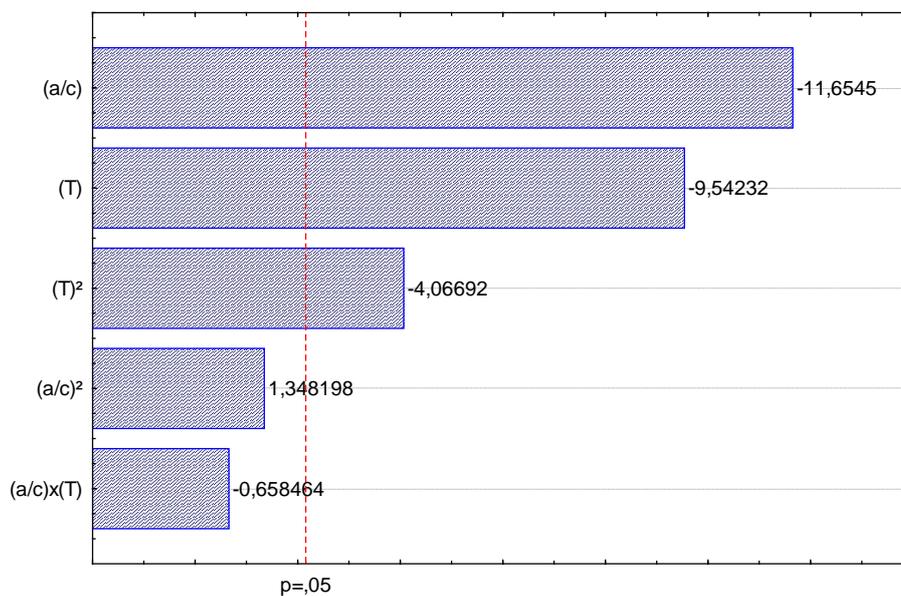


Figura 7 - Diagrama de Pareto



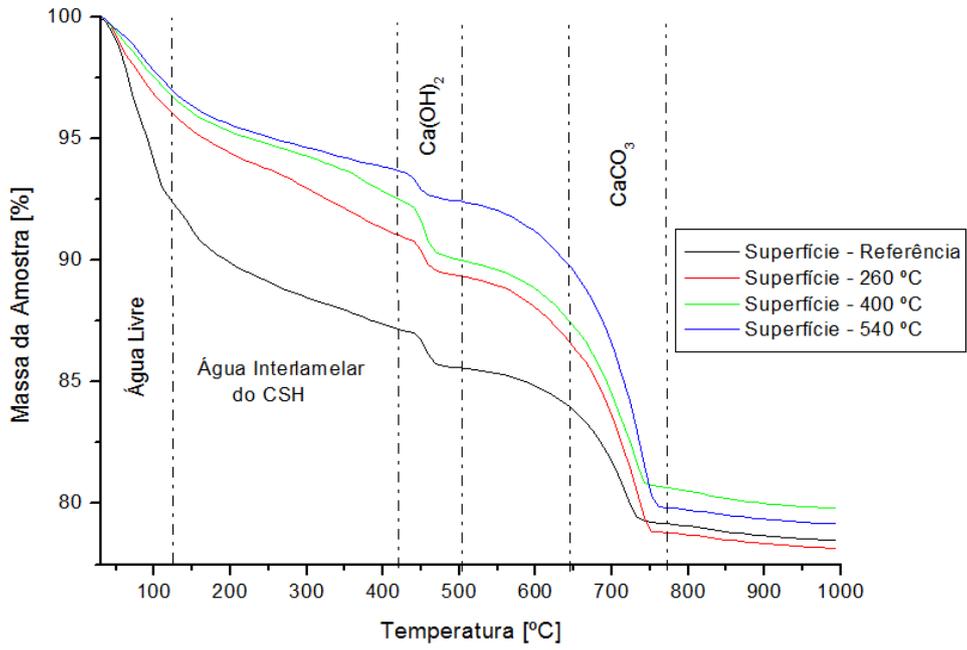
Análise termogravimétrica

Os ensaios de termogravimetria permitem observar de maneira retroativa o comportamento do concreto submetido às altas temperaturas. A fim de permitir uma melhor visualização dos resultados, foram adotadas faixas qualitativas para distinguir as etapas do processo de decaimento térmico na matriz cimentícia, ou seja, as faixas aqui utilizadas são referenciadas em trabalhos técnicos, entre eles Anjos *et al.* (2013), Kuliffayová, Krajc e Janotka

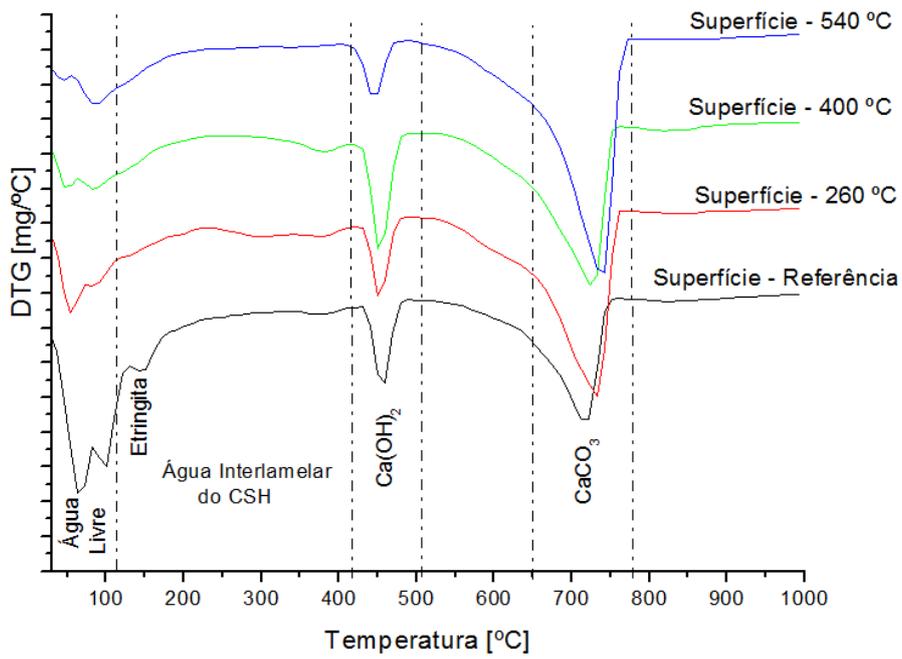
(2012) e Petkova, Stoyanov e Pelovski (2012), que envolvem as etapas de evaporação da água livre na matriz, decaimento da etringita, perda gradual da água interlamelar do C-S-H, quebra da portlandita e da calcita.

A Figura 8 exibe os gráficos conjuntos das amostras de superfície (para as temperaturas analisadas) e sua análise diferencial (DTG). A Figura 9 exibe resultados equivalentes para as amostras de centro.

Figura 8 - TG e DTG para as amostras de superfície

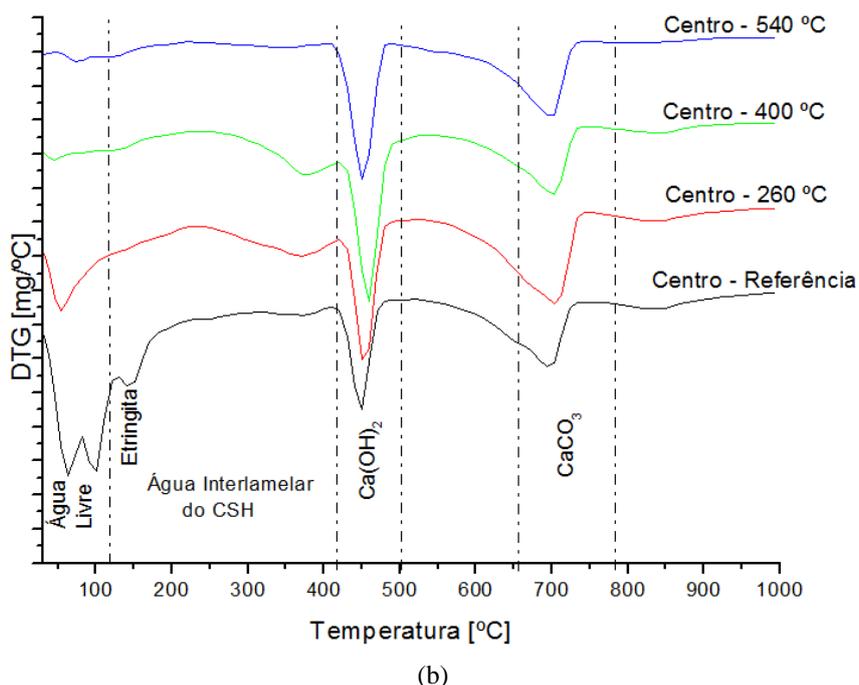
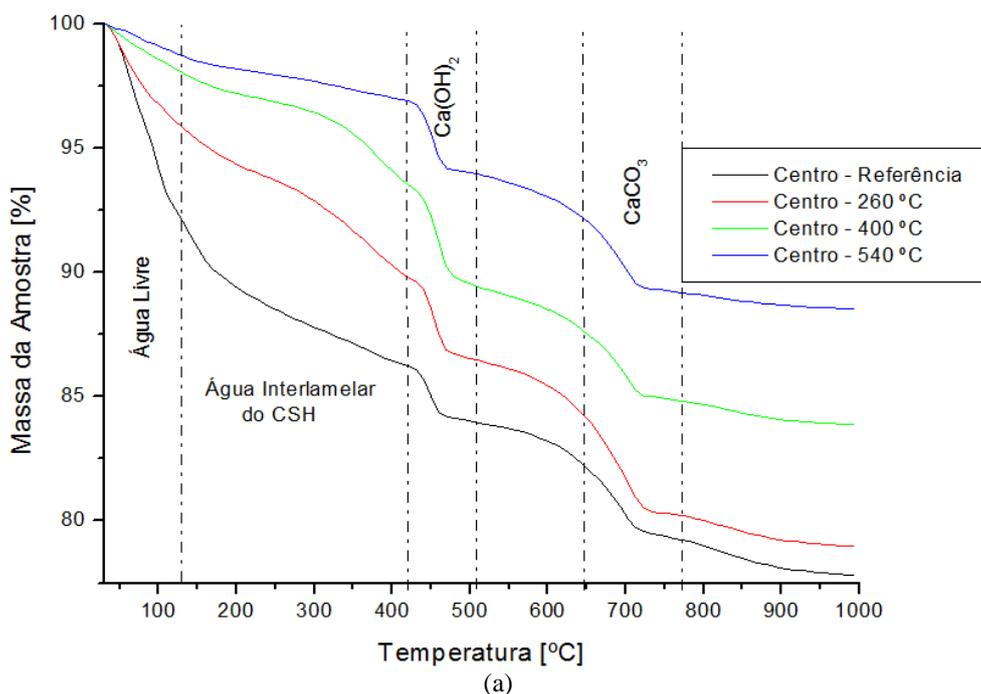


(a)



(b)

Figura 9 - TG e DTG para as amostras de centro



Estudando as Figuras 8 e 9 é possível observar que as amostras que foram aquecidas, quando comparadas com as de referência, apresentaram uma pequena perda de massa na fase inicial, o que indica que durante o aquecimento dos corpos de prova as amostras indicadas como aquecidas já haviam perdido a água livre e parte da água interlamelar das moléculas de tobermorita.

Nas mesmas figuras é possível observar que apenas as amostras de referência apresentam um pico nas proximidades de 120 °C, que indica o início do decaimento da etringita. De tal observação pode-se inferir que em todos os corpos de prova que foram aquecidos a etringita já havia iniciado seu processo de quebra fazendo com que tal efeito não fosse detectado quando do ensaio de TG.

Observe-se ainda que para a faixa da quebra da portlandita a amostra aquecida a 540 °C apresenta menor perda de massa nessa região (Figura 8), evidenciando o fato já esperado de que, quando do primeiro aquecimento enquanto corpo de prova, tal estrutura já tivesse sido consumida. Nos mesmos gráficos e faixa de análise, entretanto, a amostra a 400 °C apresentou maior pico, uma vez que, enquanto corpo de prova, seu $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ainda não havia sido consumido, mas a água interlamelar da tobermorita sim, o que gerou consumo mais acelerado de massa relativa nessa região. Processo análogo acontece para as amostras de centro da Figura 9.

Análise semelhante é feita para justificar o pico acentuado na amostra aquecida a 540 °C para a faixa de quebra da calcita, ou seja, é a primeira perda de massa considerável detectada pelo ensaio, uma vez que a estrutura que se decompõe em níveis menores de temperatura já havia sido quebrada quando do aquecimento enquanto corpo de prova.

É notável ainda o fato de que para as amostras de superfície [Figura 8b], os maiores picos do DTG ocorrem para a faixa de quebra da calcita, ao passo que para as amostras de centro [Figura 9b] os maiores picos acontecem para a faixa de quebra da portlandita, com indícios iniciais de que, quando do aquecimento dos corpos de prova, os níveis de temperatura da porção central eram menores que da porção superficial, não tendo havido assim uma estabilização da temperatura.

A Figura 10, por sua vez, exhibe as curvas de TG e DTG conjuntamente para as amostras de superfície e centro para um mesmo nível de temperatura, e permite, assim, a comparação do nível de degradação e temperatura atingida.

Podendo agora comparar individualmente para cada nível de aquecimento as amostras de superfície e centro, é possível observar inicialmente que as amostras de superfície apresentam um processo de carbonatação ligeiramente mais avançado com maior presença proporcional de CaCO_3 . Tal fenômeno pode ser atribuído ao processo de secagem ao ar que inevitavelmente ocorre para as estruturas de concreto em ambientes com alguma concentração de CO_2 .

Observe-se que para os corpos de prova aquecidos a 260 °C [Figura 10 b] a distribuição de temperaturas foi uniforme, enquanto distorções podem ser observadas para aquecimentos a partir de 400 °C [Figuras 10c e 10d].

Tal fato evidencia que o tempo de 60 minutos estimado para a regularização da temperatura não foi suficiente, e que para níveis maiores de

temperatura o concreto apresenta condutividade térmica reduzida.

Em contrapartida, um fato curioso pode ser observado nas Figuras 10c e 10d: durante o ensaio de TG a perda de massa das amostras de superfície é mais acentuada que a das amostras de centro, o que contradiz a previsão inicial. Tal fato deve ser atribuído não a uma maior temperatura na porção central, mas sim a um processo mais avançado de carbonatação na superfície em virtude da maior presença proporcional de calcita, conforme supracitado, gerando, assim, tal distorção.

Observando conjuntamente todos os dados referentes aos corpos de prova, pode-se dizer que a faixa de ganho de resistência destes é atribuída principalmente à relação água/cimento e à ação catalisadora da temperatura na formação de produtos de hidratação. Uma vez que as análises microestruturais foram avaliadas para um mesmo a/c (nível 0, equivalente a 0,47), por meio desses dados foi possível observar apenas o efeito relativo da temperatura que, nesses casos, permitiu verificar o processo de decaimento térmico visível para cada amostra.

Mesmo assim, pode-se alegar que para níveis maiores de a/c há maior presença de água livre na matriz, mais pronunciável ainda na porção central, que faz com que a perda da água interlamelar de tobermorita seja retardada mesmo que haja uma aceleração do processo de hidratação e formação de portlandita, justificando assim o acréscimo de resistência desses corpos de prova.

Conclusões

Finalizando este estudo é possível sintetizar as conclusões técnicas a respeito do planejamento experimental fatorial com configuração estrela ao estudo do efeito do aquecimento em corpos de prova de concreto conforme os seguintes tópicos:

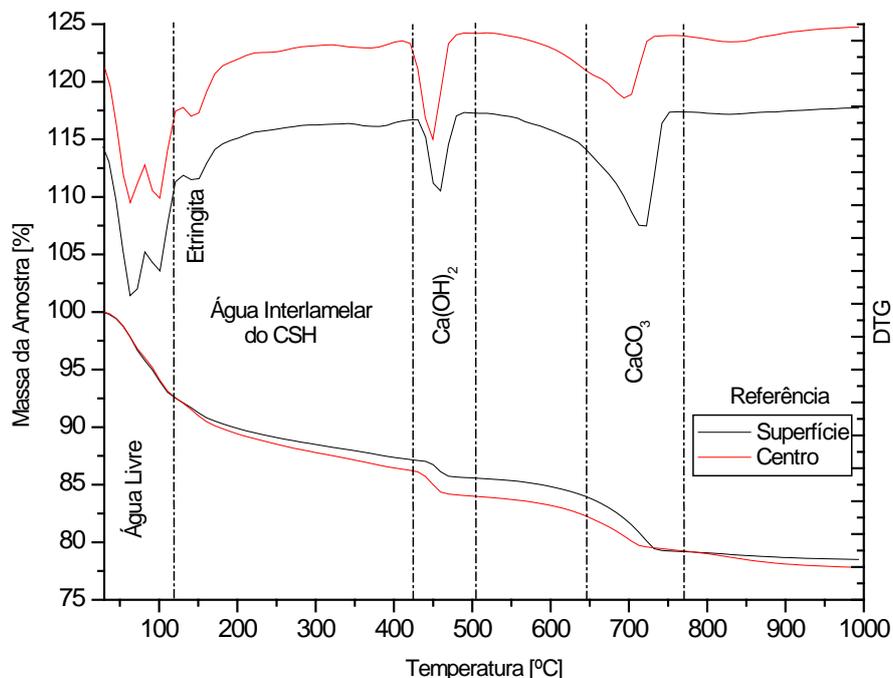
- (a) foi detectada uma zona de interseção entre as variáveis relação a/c e temperatura para a qual o concreto apresenta ganho de resistência. Essa zona foi verificada a um estágio de a/c acima de 0,47 e temperaturas entre 300° e 400°, e foi atribuída a aceleração das reações de hidratação e formação de portlandita e tobermorita;
- (b) os prazos e condições de ensaios utilizados permitiram efeitos de carbonatação nas peças assim como o início da reidratação pós-aquecimento, fatores esses alheios e não controlados neste estudo, mas que permitem a representatividade às condições reais de avaliação residual;

(c) as análises termogravimétricas comprovaram que durante o aquecimento das peças houve uma diferença entre os níveis de temperatura atingidos na superfície e no interior; e

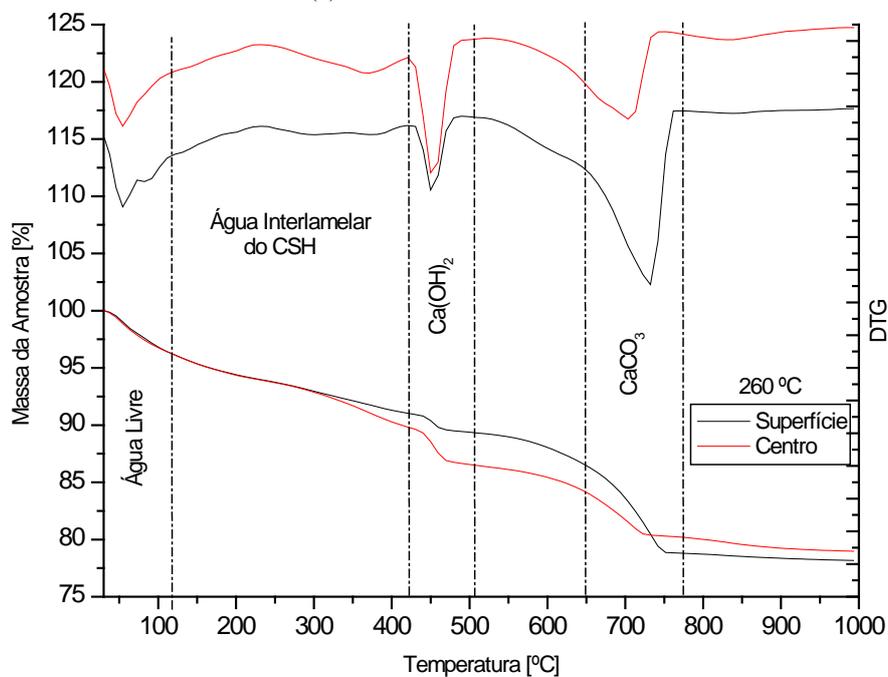
(d) a influência da relação a/c diz respeito à classe do concreto, não havendo relação detectável com

dano ao concreto devido à densidade da matriz. Infere-se com isso que os níveis de temperatura utilizados não foram suficientes para causar uma sobrepressão interna que provocasse perdas notáveis ao concreto.

Figura 10 - TG e DTG para amostras igualmente aquecidas para centro e superfície (Continua...)

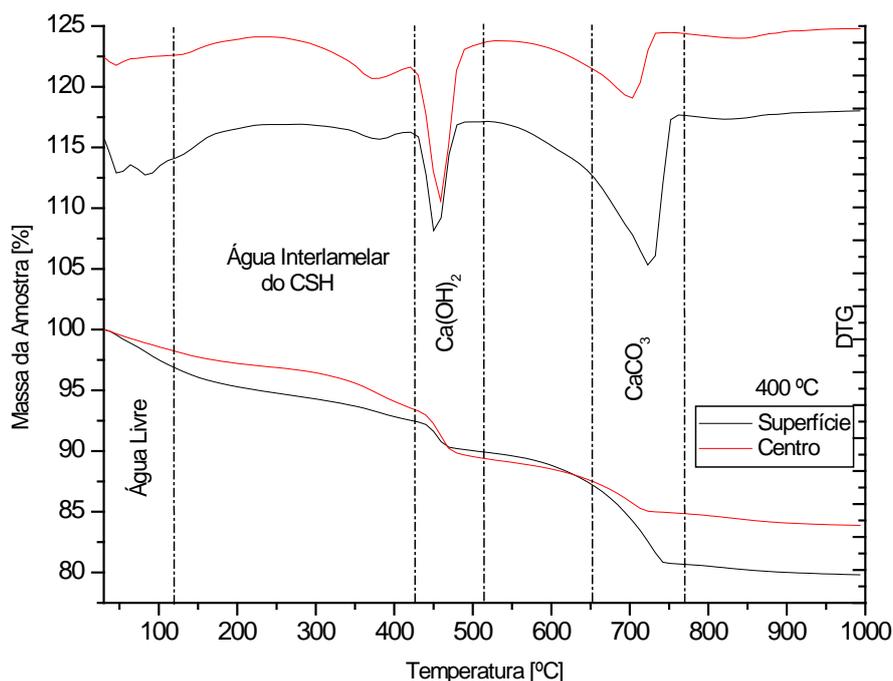


(a) Amostras de referência

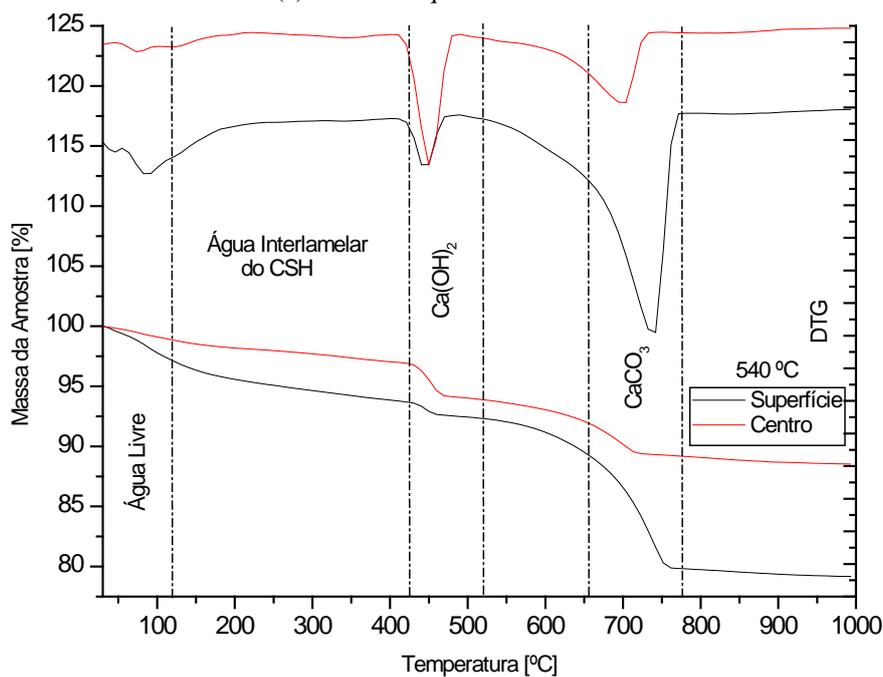


(b) Amostras aquecidas a 260 °C

Figura 10 - TG e DTG para amostras igualmente aquecidas para centro e superfície (continuação)



(c) Amostras aquecidas a 400 °C



(d) Amostras aquecidas a 540 °C

Referências

ANJOS, M. A. *et al.* Hydration of Oilwell Cement Containing Sugarcane Biomass Waste as a Function of Curing Temperature and Pressure. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 109, p. 291–297, 2013.

ANNEREL, E.; TAERWE, L. L. L. Punching Shear Tests on Flat Concrete Slabs Exposed to Fire. **Fire Safety Journal**, v. 57, p. 83-95, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739**:concreto: ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 1994.

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 248**: agregados: determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003b.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 45**: agregados: determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 52**: agregado miúdo: determinação de massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro, 2002.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 53**: agregado graúdo: determinação de massa específica, massa específica aparente e absorção de água. Rio de Janeiro, 2003a.
- BAMONT, P.; GAMBAROVA, P. G. Properties of Concrete Subjected to Extreme Thermal Conditions. **Journal of Structural Fire Engineering**, v. 5, n. 1, p. 47-62, mar. 2014.
- BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S.; HUNTER, W. G. **Statistics for Experimenters**: design, innovation and discovery. 2nd ed. Hoboken: Wiley Interscience, 2005.
- CASTELLOTE, M. *et al.* Composition and Microstructural Changes of Cement Pastes Upon Heating, as Studied by Neutron Diffraction. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 9, p. 1633-1644, 2004.
- EL-FITIANY, S.; YOUSSEF, M. Interaction Diagrams for Fire-Exposed Reinforced Concrete Sections. **Engineering Structures**, v. 70, p. 246-259, 2014.
- FARAGE, M.; SERCOMBEB, J.; GALLÉ, C. Rehydration and Microstructure of Cement Paste after Heating at Temperatures up to 300 °C. **Cement and Concrete Research**, v. 33, n. 7, p. 1047-1056, 2003.
- FERREIRA, A. P. Thermo-Hydric Analysis of Concrete-Rock Bilayers Under fire Conditions. **Engineering Structures**, v. 59, p. 765-775, 2014.
- GEORGALI, B.; TSAKIRIDIS, P. Microstructure of Fire-Damaged Concrete: a case study. **Cement & Concrete Composites**, v. 27, p. 255-259, 2015.
- GERNAY, T.; FRANSSENC, J. M. A Plastic-Damage Model for Concrete in Fire: applications in structural fire engineering. **Fire Safety Journal**, v. 71, p. 268-278, 2015.
- GERNAY, T.; MILLARDB, A.; FRANSSENC, J.-M. A Multiaxial Constitutive Model for Concrete in the Fire Situation: theoretical formulation. **International Journal of Solids and Structures**, v. 50, n. 22/23, p. 3659-3673, 2013.
- HANDOO, S.; AGARWAL, S.; AGARWAL, S. Physicochemical, Mineralogical, and Morphological Characteristics of Concrete Exposed to Elevated Temperatures. **Cement and Concrete Research**, v. 32, p. 1009-1018, 2002.
- HENRY, M.; DARMA, I. S.; SUGIYAMA, T. Analysis of the Effect of Heating and Re-Curing on the Microstructure of High-Strength Concrete Using X-Ray CT. **Construction and Building Materials**, v. 67, p. 37-46, 2014.
- KHOURY, G. A. Effect of Fire on Concrete and Concrete Structures. **Progress in Structural Engineering and Materials**, v. 2, n. 4, p. 429-447, 2000.
- KULIFFAYOVÁ, M.; KRAJC, L.; JANOTKA, I. Thermal Behaviour and Characterization of Cement Composites With Burnt Kaolin Sand. **Therm Anal Calorim**, p. 425-432, 2012.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto**: microestrutura, propriedades e materiais. São Paulo: IBRACON, 2008.
- MORALES, G.; CAMPOS, A.; FAGNELLO, A. M. P. A Ação do Fogo Sobre os Componentes do Concreto. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 32, p. 47-55, jan./mar. 2011.
- NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. 2. ed. São Paulo: Pini, 1997.
- PETKOVA, V.; STOYANOV, V.; PELOVSKI, Y. TG-DTG-DTA in Studying White Self-Compacting Cement Mortars. **Therm Anal Calorim**, p. 797-806, 2012.
- POON, C.-S. *et al.* Comparison of the Strength and Durability Performance of Normal- and High-Strength Pozzolanic Concretes at ELEVATED temperatures. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 9, sep. 2001.
- SCHNEIDER, U. Concrete at High Temperatures: a general review. **Fire Safety Journal**, p. 55-68, 7 Apr. 1988.
- WU, B.; XIONG, W.; WEN, B. Thermal Fields of Cracked Concrete Members in Fire. **Fire Safety Journal**, v. 66, p. 15-24, 2014.
- XIAOA, J.; KÖNIGB, G. Study on Concrete at High Temperature in China: an overview. **Fire Safety Journal**, v. 39, n. 1, p. 89-103, feb. 2014.

YAN, X., LI, H.; WONG, Y.-L. Assessment and Repair of Fire-Damaged High-Strength Concrete: strength and durability. **Journal of Materials in Civil Engineering**, p. 8, jun. 2007.

ZHAI, Y. *et al.* Study on Compressive Mechanical Capabilities of Concrete After High Temperature Exposure and Thermo-Damage Constitutive Model. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 777-782, oct. 2014.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Capes pelo apoio recebido para este trabalho.

Leovegildo Douglas Pereira de Souza

Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar | Universidade Federal de Campina Grande | Rua Jario Vieira Feitosa, 1770, Sala 30 Central dos Professores, Pereiros | Pombal - PB - Brasil | CEP 58840-000 | Tel.: (83) 3431-4000 | E-mail: leovdouglas@gmail.com

Givanildo Alves de Azerêdo

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental | Universidade Federal da Paraíba | Cidade Universitária, s/n, LABEME, Castelo Branco III | João Pessoa - PB - Brasil | CEP 58051-900 | Tel.: (83) 3216-7355 | E-mail: givanildoazeredo@hotmail.com

Flávio de Andrade Silva

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental | Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro | Rua Marquês de São Vicente, 225, Gávea | Rio de Janeiro - RJ - Brasil | CEP 22451-900 | Tel.: (21) 3527-1188 | E-mail: fsilva@puc-rio.br

Revista Ambiente Construído

Associação Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído
Av. Osvaldo Aranha, 99 - 3º andar, Centro
Porto Alegre - RS - Brasil
CEP 90035-190
Telefone: +55 (51) 3308-4084
Fax: +55 (51) 3308-4054
www.seer.ufrgs.br/ambienteconstruido
E-mail: ambienteconstruido@ufrgs.br