

Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures: physico-chemical changes and analysis techniques

Microestrutura do concreto submetido a altas temperaturas: alterações físico-químicas e técnicas de análise



B. FERNANDES^a
fernandes.brn@gmail.com

A. M. GIL^b
augustomg@unisinios.br

F. L. BOLINA^b
fabriciolb@unisinios.br

B. F. TUTIKIAN^b
bftutikian@unisinios.br

Abstract

The exposure of concrete to high temperatures, such as in a fire, leads to physical and chemical changes, which may cause deterioration of mechanical properties, cracking and spalling. This paper presents a critical review of microstructural changes in concrete exposed to high temperature. The transformations developed in the cement paste, aggregates and interfacial transition zone were studied, as well as the experimental techniques of microanalysis presented in recent related researches. Lastly, a critical analysis of experimental results from literature was performed. It was verified that microstructural changes are related to concrete properties and the heating process. The experimental techniques has a potential use for assessment of thermally damaged concrete, however, these techniques must be applied simultaneously and specific methods must be established.

Keywords: microstructure, concrete, concrete structures, high temperatures.

Resumo

A exposição a altas temperaturas, como as de um incêndio, promove alterações físicas e químicas no concreto, provocando deterioração das propriedades mecânicas nas estruturas, fissuração e deslocamento. O presente trabalho consiste em uma revisão crítica das alterações microestruturais que incidem no concreto submetido a altas temperaturas. As transformações desenvolvidas na pasta de cimento hidratada, nos agregados e na zona de transição foram estudadas, bem como as técnicas experimentais de microanálise utilizadas em recentes pesquisas desenvolvidas na área. Por fim, uma análise crítica dos resultados de estudos experimentais apresentados pela literatura foi realizada. Verifica-se que as alterações da microestrutura estão relacionadas com as características constitutivas do concreto e com processo do aquecimento. Constata-se a potencialidade das técnicas microestruturais para as etapas de na inspeção e recuperação de estruturas incendiadas, entretanto verifica-se a necessidade de combinação de técnicas e o estabelecimento de métodos padronizados.

Palavras-chave: microestrutura, concreto, estruturas de concreto, altas temperaturas.

^a Departamento de Estruturas, Unicamp, Campinas, SP, Brasil;

^b Itt Performance, UNISINOS, São Leopoldo, RS, Brasil.

1. Introdução

O concreto, quando exposto a altas temperaturas, pode apresentar um bom comportamento, devido às suas características de incombustibilidade e baixa difusividade térmica. Tovey e Crook [1], em uma investigação que englobou mais de cem estruturas de concreto danificadas por incêndio, concluíram que a maioria dessas edificações apresentaram um bom desempenho e que, na maioria delas, foi possível executar o reparo e o retorno ao desempenho inicial de serviço.

A exposição a altas temperaturas promove alterações nas propriedades físicas e químicas do concreto, resultando na redução das propriedades mecânicas, como a resistência à compressão e módulo de elasticidade, fissuras, deslocamento e fluência transiente [2–5], comprometendo a capacidade resistente dos elementos e a estabilidade global do sistema estrutural. A deterioração dessas propriedades está diretamente ligada a fatores relacionados ao material (tipo de agregado e de cimento, relação água/cimento, adições e fibras) e ao ambiente (tempo de exposição, taxa de aquecimento, carga aplicada e umidade) [4–6]. A análise dessa degradação, e a avaliação das propriedades residuais da armadura, auxilia no diagnóstico da estrutura e na definição de uma estratégia de terapia, seja o reparo, reforço ou até mesmo a demolição [7, 8].

A resistência residual do concreto pós-incêndio está atrelada ao perfil de aquecimento. Em condições reais de aplicação, nem todas as faces de elemento estrutural estarão submetidas a ação do calor [9], por estarem, geralmente, inseridas em paredes ou faceadas por outros elementos estruturais. Esse fato, somado à baixa condutividade térmica do concreto, induz a gradientes térmicos entre sucessivas camadas da seção, promovendo transformações diferenciais no elemento [8, 10]. Desse modo, ensaios de resistência à compressão em corpos de prova extraídos de uma estrutura incendiada devem ser utilizados com cuidado para o diagnóstico, uma vez que podem não ser representativos, visto a heterogeneidade da distribuição de temperaturas na seção transversal [9, 11, 12] e, conseqüentemente, das transformações promovidas nas características mecânicas do concreto.

As alterações nas propriedades do concreto exposto a altas temperaturas estão relacionadas com as alterações na microestrutura do material [6]. Assim, a resistência residual do material pode ser identificada por meio de procedimentos experimentais que identifiquem essas alterações físicas, químicas e mineralógicas. Técnicas como a microscopia eletrônica por varredura, difração de raios X, análise termogravimétrica, porosimetria por injeção de mercúrio, colorimetria e petrografia são amplamente utilizadas no estudo da degradação do concreto, após exposição a altas temperaturas [2, 8, 9, 12–18].

Apesar da grande quantidade de estudos na área, as transformações na micro e nanoestrutura do concreto, que guiam o comportamento macroscópico, ainda não estão completamente caracterizadas e difundidas [19]. No Brasil, apesar do número reduzido, importantes pesquisas desse tipo foram desenvolvidas [20–25].

O presente artigo pretende contribuir para o estudo das estruturas de concreto exposto a altas temperaturas, mediante a realização de uma revisão bibliográfica acerca do tema, abordando aspectos relativos ao efeito das altas temperaturas na microestrutura do material (alterações físico-químicas) e técnicas microestruturais para avaliação do concreto degradado.

2. Efeitos das altas temperaturas na microestrutura concreto

A deterioração do concreto quando exposto a altas temperaturas é atribuída a três fatores: alterações físico-químicas na pasta de cimento, nos agregados e a incompatibilidade térmica entre ambos. Fatores ligados ao incêndio, como temperatura e taxa de aquecimento, e condições dos elementos estruturais, como a carga aplicada e a umidade, também influenciam na deterioração do material [5]. Portanto, é importante discutir os efeitos das altas temperaturas no concreto, focando as alterações da microestrutura dos agregados, da pasta de cimento hidratada e da zona de transição. Serão abordadas as transformações sucedidas até a temperatura de 1200 °C, quando o concreto começa a derreter [5]. Ressalta-se que, num incêndio, patamares de temperatura acima de 900 °C podem ser atingidos, porém, apenas nas camadas superficiais de elementos estruturais, estando a temperatura interna relativamente baixa.[11].

2.1 Efeito das altas temperaturas nos agregados

A natureza e a microestrutura do agregado afetam a estabilidade e a condutividade térmica do concreto, alterando a resistência residual e os mecanismos de transporte de fluidos [6, 25–27]. Quando expostos a altas temperaturas, alterações físico-químicas incidem sobre os agregados, promovendo expansão, fraturas na microestrutura cristalina do agregado e até seu derretimento em temperaturas acima de 1000 °C. Esses efeitos estão relacionados com a estabilidade térmica do agregado, i.e., a suscetibilidade a modificações químicas e físicas quando exposto a altas temperaturas. Essa característica, bem como a degradação incidente, varia em função do tipo de agregado utilizado [4, 6].

Agregados silicosos e areias, que contêm quartzo em sua composição, sofrem significantes transformações a altas temperaturas, sendo a mais conhecida a expansão volumétrica de 5,7% aos 573 °C, devido à transformação da forma cristalina do quartzo de α em β [6]. Apesar dessa transformação ser reversível, fissuras radiais ao redor dos agregados podem ser verificadas, em função dessa expansão [9].

As rochas carbonáticas, como a dolomita, tornam-se instáveis em temperaturas maiores do que 700 °C, devido a transformação de carbonato de cálcio (CaCO_3) em óxido de cálcio (cal - CaO) e dióxido de carbono (CO_2). Esse processo, que atinge o pico aos 800 °C e finaliza aos 898 °C, é endotérmico e tende a retardar a evolução da temperatura no concreto [4, 6, 27]. Nos agregados calcários, o fenômeno inicia em 600 °C pela decomposição do carbonato de cálcio [29]. Agregados de basalto apresentam grande estabilidade térmica e começam a derreter a partir de temperaturas de 1000 °C. Durante esse processo, expandem e liberam gases armazenados no interior da rocha [6].

2.2 Efeito das altas temperaturas na pasta de cimento hidratada

O comportamento da pasta de cimento hidratada frente a altas temperaturas depende de fatores como a relação água/cimento, a relação entre C/S (CaO/SiO_2 ou óxido de cálcio / dióxido de silício)

quantidade de Ca(OH)_2 (portlandita / CH) formada, grau de hidratação e umidade [6, 27].

Sob altas temperaturas, o primeiro processo de degradação desencadeado é a decomposição da etringita, que ocorre aproximadamente a 80 °C [4, 13, 30]. Na sequência do aquecimento, a pasta de cimento desidrata, sendo o fenômeno associado a alterações microestruturais que ocorrem no material. Inicialmente, a água capilar (água livre), que não sofre influência das forças de atração de Van der Waals, é evaporada, seguida pela evaporação das águas lamelares e adsorvidas, devido a um processo físico. Por último, a água quimicamente associada aos cristais de C-S-H (silicato de cálcio hidratado) é perdida [4, 6, 29]. Essa desidratação do C-S-H é um processo físico-químico que promove o relaxamento das microtensões e é responsável pela fluência transiente. Se inicia aos 100 °C e deflagra a perda de massa da pasta de cimento, junto com o aumento da fissuração e da porosidade, além de um acúmulo do vapor de água nos poros, que contribui com o mecanismo do deslocamento. Aos 700 °C o C-S-H se decompõe em $\beta\text{-C}_2\text{S}$ (belita), βCS (wollastonita) e água, acarretando na retração da pasta de cimento e em uma grande redução da resistência. A perda de água associada ao C-S-H promove um incremento na porosidade, contribuindo para a redução de resistência [4, 6, 29, 30].

Os cristais de portlandita também sofrem um processo de desidratação em temperaturas acima de 420 °C, contribuindo para a retração e microfissuração da pasta de cimento. Nesse processo, o Ca(OH)_2 se decompõe em CaO (óxido de cálcio) e água. Outra alteração incidente é a descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO_3), que se decompõe em CaO e CO_2 , a partir de temperaturas maiores que 650 °C [6, 30].

As altas temperaturas também afetam os grãos de clínquer não hidratados, presentes na pasta de cimento hidratada, promovendo a sua expansão. Esse fenômeno, em concomitância com a retração na pasta promovida pelas alterações no C-S-H e CH, conduz a expansões térmicas diferenciais entre os materiais, que resultam em microfissuras no concreto, que por sua vez, aumentam a porosidade deste [32]. Em temperaturas maiores que 1200 °C, a pasta de cimento começa a derreter [5]

A porosidade também é influenciada pelas altas temperaturas, crescendo de modo não linear, devido, principalmente, ao processo progressivo de desidratação do C-S-H. Dos 20 °C até os 300 °C o aumento na porosidade é baixo, menor do que a perda de massa ocorrida. Acima dos 300 °C essa relação se inverte, com um grande aumento da porosidade, com intensificação das microfissuras. Acima dos 900 °C, outro pico de aumento da porosidade é verificado [6]. Nas condições onde a pasta do cimento não perde rapidamente a umidade para o ambiente, como no interior de seções de concreto de grandes dimensões, o aquecimento pode levar ao surgimento de C-S-H ou outros cristais, dependendo da relação de CaO/SiO_2 [4, 5].

O resfriamento, após a exposição a altas temperaturas, também promove alterações na pasta de cimento. Os produtos cimentícios da pasta podem se reidratar, formando novos géis ou componentes cristalinos. A cal formada também reidrata e expande, formando novas fissuras [33].

2.3 Efeito das altas temperaturas na zona de transição

A interface entre agregados e pasta de cimento, geralmente de espessura de 50 μm [34], é conhecida como o “elo fraco” do concreto, devido ao grande volume de vazios e fissuras na região, além da presença de C-S-H pouco cristalino e cristais secundários de portlandita e etringita [28].

O aquecimento do concreto leva a uma expansão térmica diferencial entre o agregado e a matriz cimentícia. A pasta, devido à desidratação, sofre um intenso processo de retração durante o aquecimento, ao passo que os agregados sofrem um processo de expansão (Figura 1). Isso resulta em fissuras, que surgem inicialmente na zona de transição, devido à sua maior fragilidade [4, 6, 9].

A fragilização da zona de transição também pode induzir ao processo de deslocamento do concreto a altas temperaturas, conforme constatado experimentalmente por Bolina [29]. A interface, induzida pelas pressões de vapor oriundas do interior do material, potencializa o fenômeno [2-5], promovendo uma redução da

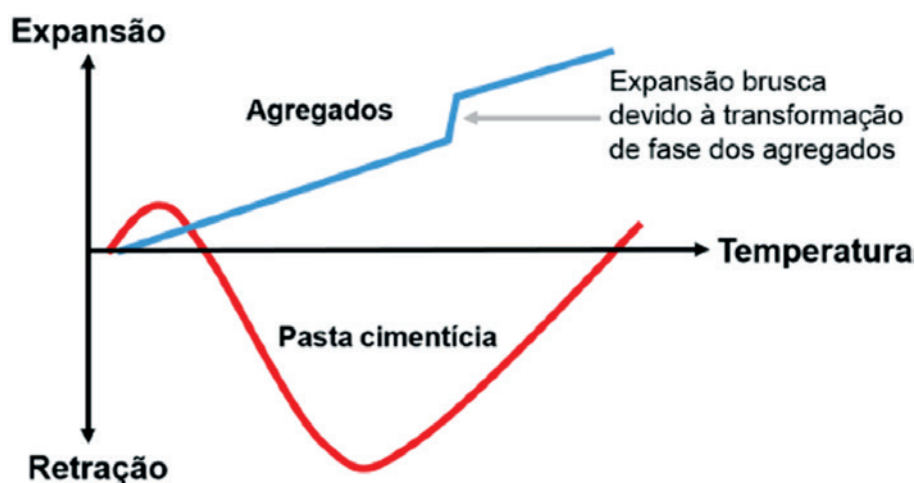


Figura 1
Incompatibilidade térmica entre agregados e pasta de cimento hidratada (adaptado (6))

Tabela 1

Ensaio não destrutivos aplicados ao concreto danificado pelo incêndio (adaptado (10))

Análise do concreto de cobrimento	Análise ponto a ponto de pequenos corpos de prova	Técnicas especiais
Inspeção com martelo	Ensaio mecânicos em escala reduzida	Velocidade de propagação de pulso ultrassônico
Esclerometria	Análise térmica diferencial (DTA)	Eco de Impacto
Penetração de pino	Análise termogravimétrica (TGA)	Tomografia Sônica
Ensaio CAPO	Análise dilatométrica (DA)	Análise Modal das Ondas de Superfície (MASW)
Ensaio de fratura interna	Termoluminescência	Resistividade Elétrica
–	Porosimetria	–
–	Colorimetria	–
–	Petrografia	–
–	Análise química	–

Tabela 2 (Parte 1)

Sumário de pesquisas que utilizaram técnicas de microanálise

Autor (referência)	Ano	Tipo de amostra*	T. máx (°C)	MEV**	DRX**	PIM**	DTA/TGA**	COL**	PET**	Outras
Rostásy, Weiß e Wiedemann [41]	1980	Lab.	900	–	–	X	–	–	–	–
Piasta, Sawicz e Rudzinski [42]	1984	Lab.	800	–	X	X	X	–	–	Espectroscopia infravermelha
Chan, Peng e Chan [43]	1996	Lab.	1200	–	–	X	–	–	–	–
Saad <i>et al.</i> [44]	1996	Lab.	600	–	X	–	–	–	–	–
Lin, Lin e Powers-Couche [45]	1996	Lab.	900	X	–	–	–	–	–	–
Luo, Sun e Chan [46]	2000	Lab.	800	–	–	X	–	–	–	–
Short, Purkiss e Guise [47]	2001	Lab.	700	–	–	–	–	X	–	–
Poon <i>et al.</i> [48]	2001	Lab.	800	–	–	X	–	–	–	–
Heoo, Agarwal e Agarwal [18]	2002	Lab.	1000	X	X	–	X	–	–	–
Castellote <i>et al.</i> [30]	2004	Lab.	620	–	–	X	X	–	–	Difração de nêutrons
Alarcon-Ruiz <i>et al.</i> [49]	2005	Lab.	800	–	–	–	X	–	–	–
Georgali e Tsakiridis [2]	2005	Est.	–	–	–	–	–	–	X	–
Lima [20]	2005	Lab.	900	X	X	–	X	–	–	Dilatometria
Wang, Wu e Wang [50]	2005	Lab.	500	X	–	–	–	–	–	–
Wendt [51]	2006	Lab.	900	–	–	–	–	X	–	–
Peng e Huang [17]	2008	Lab.	800	X	X	X	–	–	–	–

* Lab. = Amostra confeccionada em laboratório; Est. = Amostra retirada de elemento estrutural

** MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura; DRX = Difração de Raios X; PIM = Porosimetria por Intrusão de Mercúrio;

DTA = Análise Térmica Diferencial; TGA = Termogravimetria; COL = Colorimetria e PET = Petrografia

seção transversal dos elementos e diminuindo a capacidade resistente, que ocorre nos instantes iniciais de exposição, quando inicia o deslocamento [29].

3. Avaliação do concreto após exposição a altas temperaturas

Um dos anseios da engenharia de segurança contra incêndio é avaliar a segurança da estrutura submetida a um incêndio, objetivando definir a estratégia de terapia [7]. Nesse sentido, uma inspeção cuidadosa é imprescindível para o correto diagnóstico da estrutura afetada. No caso de estruturas de concreto armado, a inspeção deve englobar aspectos relativos ao concreto, objeto deste texto, e à armadura. Diversas técnicas, destrutivas e não destrutivas, podem ser empregadas na avaliação pós-incêndio.

Uma síntese das técnicas aplicadas ao concreto, escopo do presente estudo, é apresentada na Tabela 1 [7, 10].

Um importante fator na verificação da resistência residual do elemento é o gradiente térmico entre sucessivas camadas da seção do material, formados devido à baixa condutividade térmica do concreto [9, 10]. Esse fator, somado à heterogeneidade do material, torna complexo o processo de avaliação das estruturas após exposição a altas temperaturas [8].

Essa complexidade também influencia no desempenho dos ensaios aplicados na inspeção da estrutura. O ensaio de resistência à compressão, método mais usual e direto para atestar a resistência do concreto *in situ*, fornece poucas informações quanto à resistência residual do material, visto a variação de dano ao longo da profundidade da amostra [7, 11, 12]. Annerel e Taerwe [9] ressaltam que esses ensaios, quando aplicados a amostras oriundas de estruturas

Tabela 2 (Parte 2)

Sumário de pesquisas que utilizaram técnicas de microanálise

Autor (referência)	Ano	Tipo de amostra*	T. máx (°C)	MEV**	DRX**	PIM**	DTA/TGA**	COL**	PET**	Outras
Biolzi, Cattaneo e Rosati [52]	2008	Lab.	750	X	-	X	-	-	-	-
Annerel e Taerwe [9]	2009	Lab.	550	X	-	-	-	X	-	Microscopia de fluorescência
Arioz [36]	2009	Lab.	1200	X	-	-	-	-	-	-
Fall e Samb [53]	2009	Lab.	600	X	-	X	X	-	-	Absorção capilar
Sousa [23]	2009	Lab.	600	X	-	-	-	-	-	-
Menéndez e Vega [54]	2009	Est.	-	X	X	-	X	-	-	-
Annerel e Taerwe [14]	2011	Lab.	100	-	-	-	-	X	-	-
Britez [25]	2011	Est.	-	-	X	-	X	-	-	-
Ruschel [39]	2011	Est.	-	-	X	-	-	-	-	-
Ibrahim, Hamid e Taha [55]	2012	Lab.	700	X	X	-	X	-	-	BET
Hager [8]	2013	Lab.	800	-	-	-	X	X	-	-
Akca e Zihnioglu [56]	2013	Lab.	900	X	-	X	X	-	-	-
Heap <i>et al.</i> [57]	2013	Lab.	1000	X	X	-	X	-	-	-
Heikal <i>et al.</i> [58]	2013	Lab.	800	X	X	-	-	-	-	-
Zhang, Ye e Koenders [15]	2013	Lab.	1000	X	X	-	-	-	-	Absorção de nitrogênio
Kim, Yun e Park [37]	2013	Lab.	1000	X	X	-	-	-	-	Microtomografia 3D
Carré, Hager e Perlot [16]	2014	Lab.	1000	-	-	-	-	X	-	-
Lim e Mondal [19]	2014	Lab.	1000	X	X	-	X	-	-	Microscopia de força atômica
Wang <i>et al.</i> [38]	2014	Lab.	800	X	X	X	X	-	-	-

* Lab. = Amostra confeccionada em laboratório; Est. = Amostra retirada de elemento estrutural
 ** MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura; DRX = Difração de Raios X; PIM = Porosimetria por Intrusão de Mercúrio; DTA = Análise Térmica Diferencial; TGA = Termogravimetria; COL = Colorimetria e PET = Petrografia

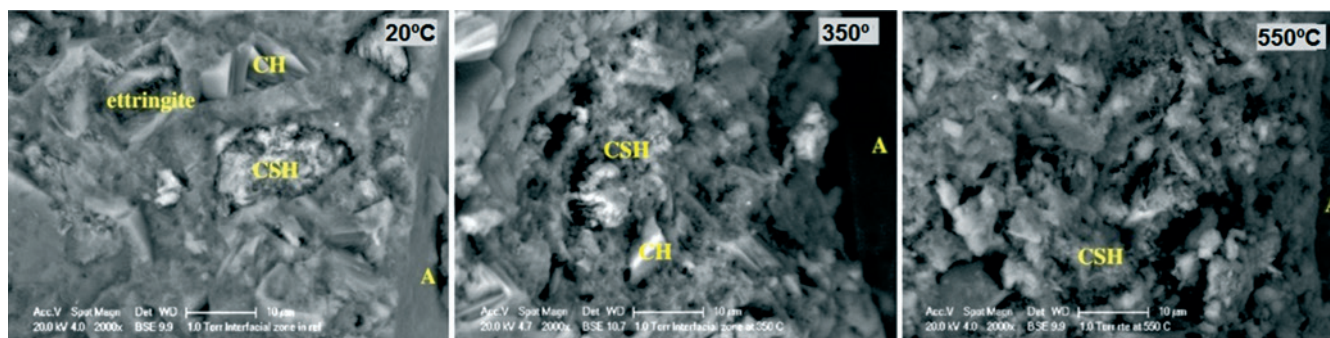


Figura 2
Micrografia da zona de transição de concreto convencional submetido a 550 °C (adaptado (9))

submetidas a altas temperaturas, não são representativas. Desse modo, as técnicas que permitem quantificar as alterações físicas, químicas e mineralógicas, bem como a temperatura alcançada no elemento estrutural, são mais eficientes [6, 9]. Ressalta-se que essas técnicas podem e devem ser aplicadas em conjunto com os outros ensaios, incluindo resistência à compressão. Quanto maior a quantidade de técnicas utilizadas na caracterização da integridade do concreto, maior a precisão do diagnóstico e mais eficiente e econômica será a terapia da estrutura incendiada.

Na Tabela 2 é apresentado um sumário das pesquisas que utilizaram as técnicas microestruturais para a caracterização do dano do concreto submetido a altas temperaturas. Verifica-se uma predominância de ensaios laboratoriais, sendo poucos os casos de aplicação das técnicas em elementos e estruturas sinistradas. Também são verificadas quatro principais técnicas: microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX), porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) e as análises térmicas (DTA/TGA). Ressalta-se que a maior parte das pesquisas realiza múltiplos métodos de análise experimental.

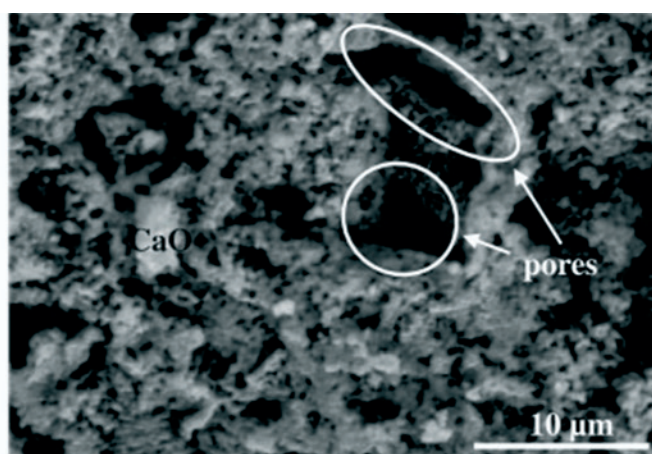
3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) fornece informações quanto à morfologia do material, com um aumento usual de 10.000 vezes e uma resolução de 2 a 5 nm. Destaca-se a possibilidade de uma grande profundidade de foco, formando uma imagem com aparência tridimensional, tendo a possibilidade de combinação com uma microanálise química [35]. Handoo, Agarwal e Agarwal [18] utilizaram a técnica em concretos convencionais com agregado silicoso e resistência à compressão de 47 MPa sob temperaturas de até 1000 °C, o que permitiu identificar que as alterações morfológicas começaram aos 300 °C e se intensificaram aos 600 °C, apresentando grandes deformações nos cristais de portlandita e no silicato de cálcio hidratado, além da presença de vazios e fissuras.

Esse acréscimo de vazios também foi constatado no programa experimental de Peng e Huang [17], que investigaram mudanças na microestrutura de concretos com resistência à compressão de 40 MPa, 70 MPa e 110 MPa, aquecidos de 400 °C até 800 °C,



A Concreto a temperatura ambiente



B Concreto a 1200 °C

Legenda: CSH = silicato de cálcio hidratado; CH = hidróxido de cálcio; CaO = óxido de cálcio; Pores = poros.

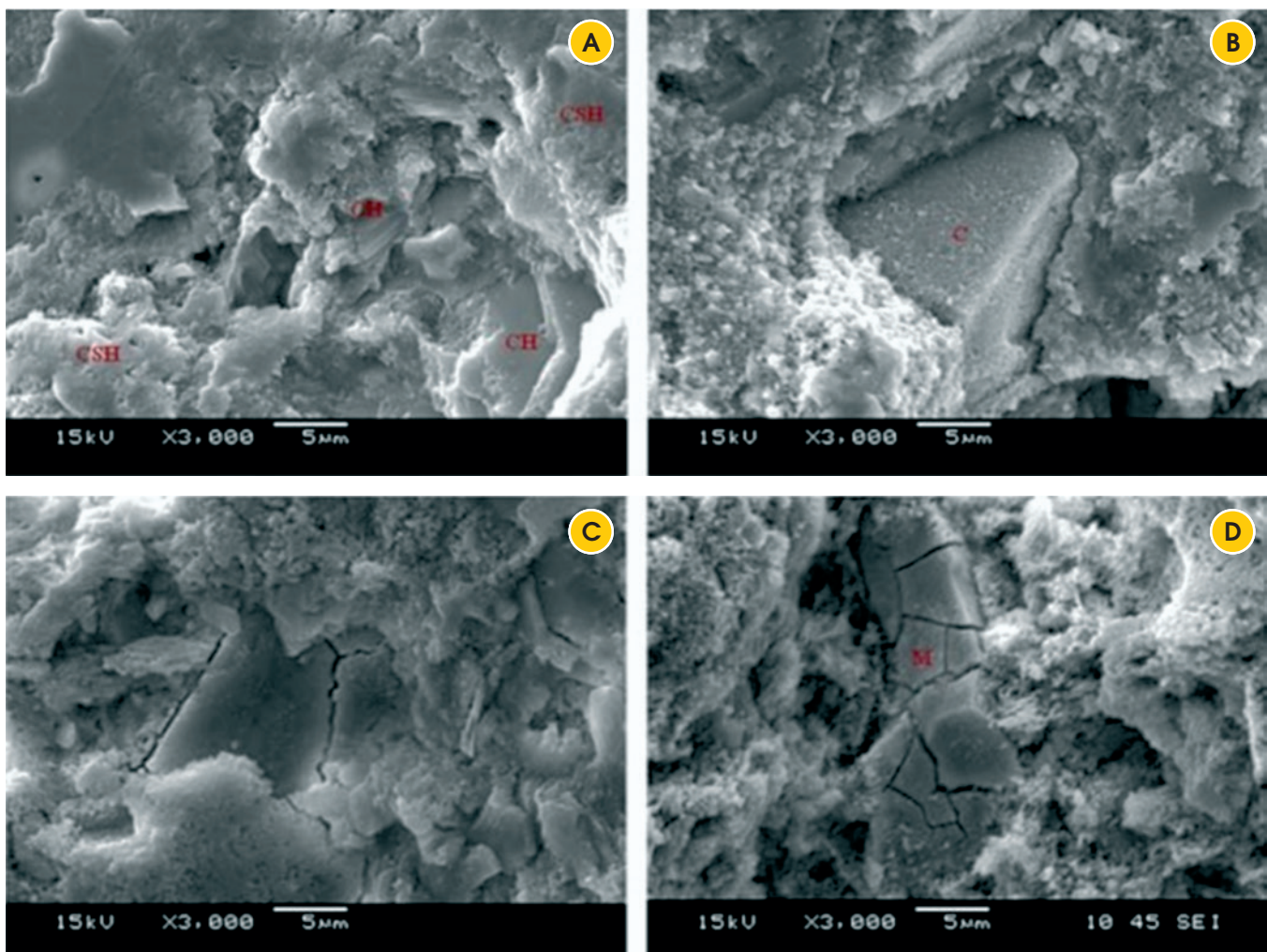
Figura 3
Alterações em concreto exposto a 1200 °C (adaptado (36))

durante até 8 horas. Os autores identificaram um grande aumento de porosidade aos 600 °C, causado, principalmente, devido à formação de microfissuras, uma das principais causas da redução de resistência do concreto.

Annerel e Taerwe [9] avaliaram a microestrutura da zona de transição de concretos convencionais, com agregado silicoso, relação $a/c=0,47$ e resistência à compressão de 52,8 MPa, expostos a temperaturas de 350 °C e 550 °C. As micrografias são apresentadas na Figura 2. Observou-se que, à temperatura ambiente, a zona de transição apresentou uma matriz intacta, constituída por etringita, portlandita e silicato de cálcio hidratado. Ainda foi possível notar que os cristais de etringita e portlandita desapareceram aos 350 °C e aos 550 °C, respectivamente. Os autores ressaltam que o processo de desidratação da etringita já iniciou aos 70 °C e que isso não foi visualizado, pois não houve a obtenção de micrografias em temperaturas inferiores a 350 °C.

As micrografias obtidas no programa experimental de Arioiz [36] permitiram identificar microfissuras, vazios e deterioração parcial de CH e do C-S-H em concretos com agregado calcário e resistência à compressão de 76,6 MPa, submetidos a 800 °C. O autor ainda analisou amostras submetidas a uma temperatura de 1200 °C, completamente deterioradas (Figura 3).

Kim, Yun e Park [37] estudaram o comportamento de argamassas com relação a/c de 0,5, submetidas a elevadas temperaturas. Nas micrografias obtidas, os autores apontaram que, aos 500 °C, os cristais hexagonais do CH começaram a se deformar e, aos 700 °C, se decompueram completamente, assim como o C-S-H. Já Zhang, Ye e Koenders [15], que também investigaram o comportamento de pastas de cimento com relação a/c de 0,5, visualizaram nas micrografias que, até os 400 °C, as alterações na pasta são mínimas e, a partir dos 500 °C e até os 1000 °C, fissuras começam aparecer na região, juntamente com poros, interconectados pelas fissuras deflagradas.



Legenda: CSH = silicato de cálcio hidratado; CH = hidróxido de cálcio; C = partículas de cimento não hidratadas; M = partículas fissuradas

Figura 4

Micrografias de pastas de cimento em temperaturas ambiente (a), a 300 °C (b), 500 °C (c) e 900 °C (d) (adaptado (19))

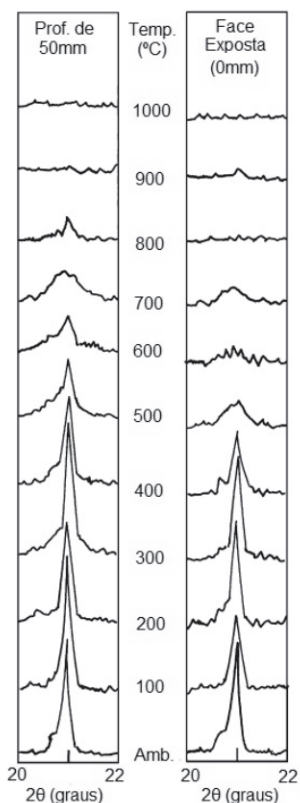


Figura 5
Difratogramas identificando o comportamento da portlandita (adaptado (18))

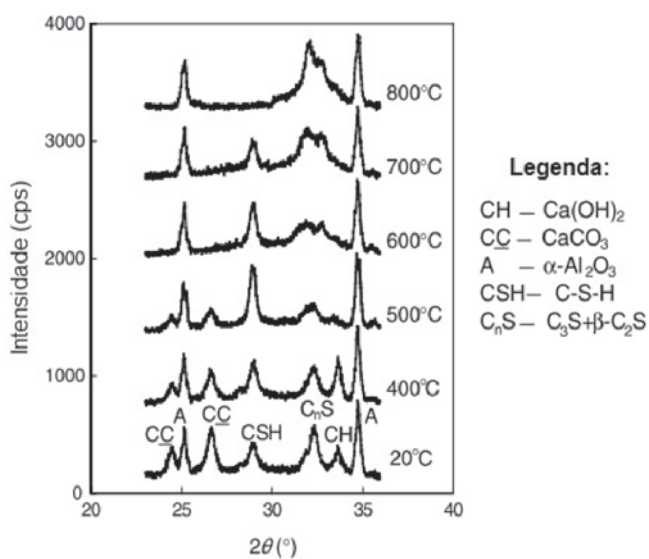


Figura 6
Difratogramas da pasta de cimento aquecida até 800 °C (adaptado (17))

A degradação dos compostos cimentícios também foi observada por Wang *et al.* [38], que estudaram pastas de cimento com resistência à compressão de 42 MPa e relação a/c de 0,4, aquecidas a 400 °C, 600 °C e 800 °C. Aos 400 °C os autores apontaram que a portlandita e o silicato de cálcio hidratado estavam em boas condições. Aos 800 °C os produtos de hidratação se decomposeram completamente, produzindo vazios e fissuras.

Já Lim e Mondal [19] pesquisaram a micro e a nanoestrutura de pastas de cimento com relação a/c de 0,35, aquecidas até 1000 °C. As micrografias estão apresentadas na Figura 4. Observa-se que, em temperatura ambiente, os cristais de portlandita e C-S-H permaneceram intactos. Aos 300 °C ocorreu o começo da degradação desses sólidos, além do surgimento de partículas de cimento não hidratadas. Na interface delas, microfissuras apareceram aos 500 °C e se intensificaram aos 700 °C e 900 °C, incrementando a porosidade da pasta.

No Brasil, a MEV foi utilizada por Lima [20] e Sousa [23]. O primeiro estudou concretos de alta resistência com agregados basáltico e granítico e relação a/c de 0,3, aquecidos de 200 °C a 900 °C. As principais alterações visualizadas foram o aspecto rugoso e a interconectividade de fissuras, em temperaturas de 600 °C e 900 °C. Sousa [23] estudou concretos convencionais com agregados de origem calcária e gnáissica, relação a/c de 0,5 e resistência à compressão de 35 MPa, submetidos a 100 °C, 300 °C e 600 °C, observando um aumento do número de poros e de microfissuras a partir dos 300 °C. Aos 600 °C o autor identificou a presença de áreas sinterizadas, fissuras e pequenos cristais de etringita, possivelmente formadas após o resfriamento das amostras.

3.2 Difração de raios X (DRX)

A análise de difração de raios X permite a identificação das fases cristalinas de um material, fornecendo informações sobre a estrutura, composição e o estado da amostra. A técnica consiste na

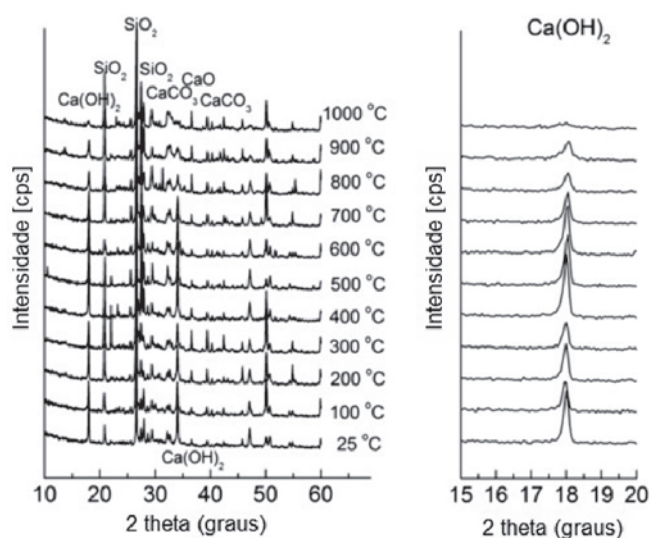


Figura 7
Difratogramas da pasta de cimento aquecida a diferentes temperaturas (adaptado (37))

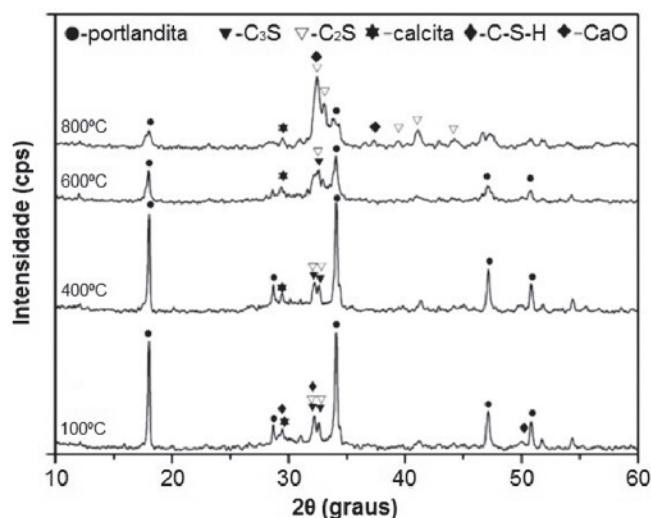


Figura 8
Difratogramas da pasta de cimento aquecidas até 800 °C (adaptado (38))

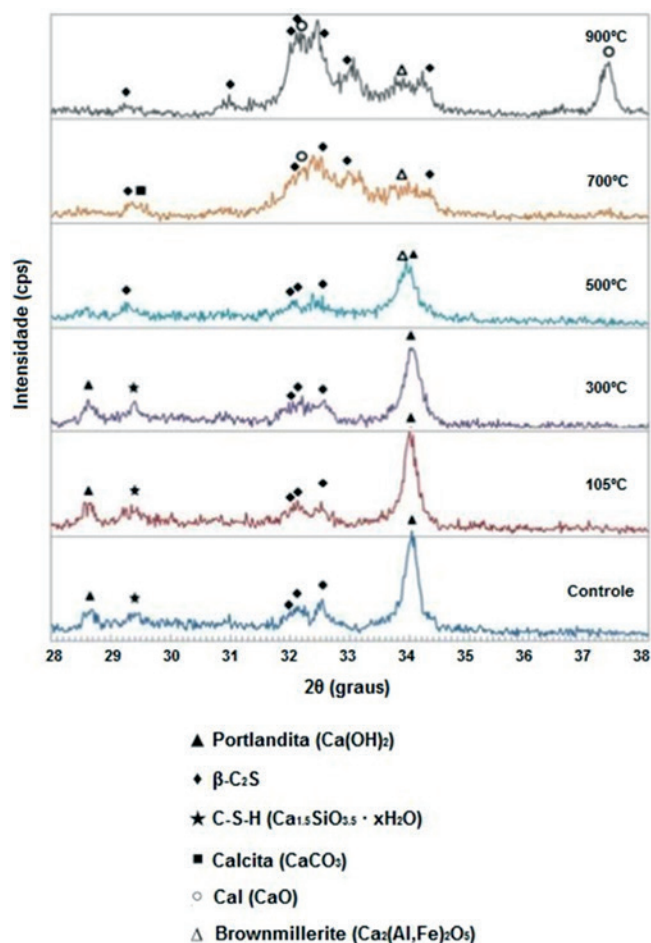


Figura 9
Difratogramas da pasta de cimento após exposição a altas temperaturas (adaptado (19))

incidência de um feixe de raios X na amostra analisada, que interage, por meio de seus átomos, com este feixe, originando o fenômeno da difração [35]. Os raios difratados são captados e processados pelo equipamento, sendo o resultado plotado em um gráfico de intensidade de radiação difratada por ângulo de difração [20]. Handoo, Agarwal e Agarwal [18] abordaram o comportamento de concretos convencionais com agregado silicoso e resistência à compressão de 47 MPa, aquecidos até 1000 °C, mediante utilização do DRX. Os difratogramas obtidos mostraram uma redução gradual do Ca(OH)_2 a partir dos 400 °C, até a completa extinção aos 800 °C (Figura 5). Já Peng e Huang [17] obtiveram difratogramas das suas amostras e verificaram (Figura 6) que os picos de intensidade referentes ao hidróxido de cálcio e o carbonato de cálcio começaram a diminuir aos 500 °C, indicando a sua decomposição. Já o silicato de cálcio hidratado começou a se decompor aos 600 °C, mesmo patamar onde foi observada uma intensa presença de poros, mediante MEV.

Nos difratogramas obtidos por Kim, Yun e Park [37], a principal transformação é a do CH, que começou a ser reduzido aos 400 °C e desapareceu aos 1000 °C (Figura 7). Esse fenômeno está de acordo com as transformações observadas nas micrografias. Nas amostras de pasta de cimento com resistência à compressão de 42 MPa e relação a/c de 0,4, analisadas por Wang *et al.* [38], conforme detalha a Figura 8, houve redução dos picos de portlandita e de C-S-H a partir de 600 °C.

Nas análises das pastas de cimento com relação a/c de 0,35 de Lim e Mondal [19] (Figura 9), verifica-se que, até os 300 °C, não foram visíveis alterações nos picos de intensidade dos produtos de hidratação. A partir dos 500 °C, foi verificado o desaparecimento do pico referente ao C-S-H, acompanhado do surgimento de um pico de $\beta\text{-C}_2\text{S}$. Aos 500 °C houve uma diminuição nos picos do CH e o surgimento de picos de CaO. Os autores citam o surgimento e desaparecimento do CaCO_3 , oriundo da reação do CaO com o CO_2 presente no forno, aos 700 °C e 900 °C, respectivamente.

No Brasil, a utilização de DRX na análise de concretos pós exposição a altas temperaturas foi utilizada por Lima [20] e Ruschel

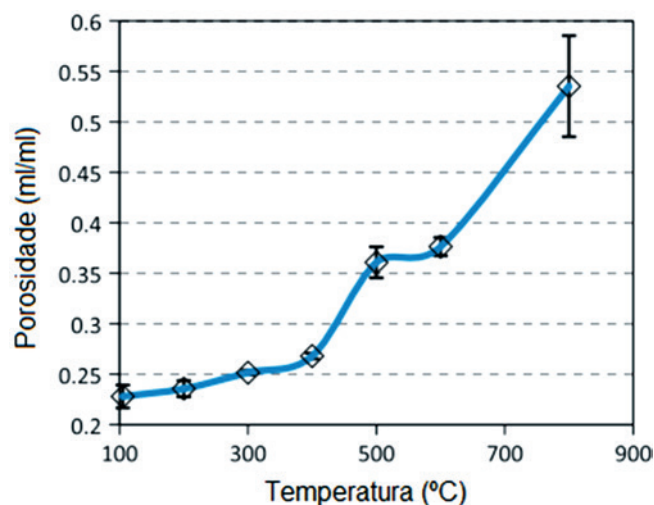


Figura 10
Porosidade total da pasta de cimento (adaptado (15))

[39]. Nos difratogramas obtidos por Lima [20] é possível verificar que a etringita esteve estável até os 200 °C e a portlandita até os 400 °C, quando começou a se transformar em óxido de cálcio até o desaparecimento, aos 900 °C. Essa estabilidade da etringita foi constatada em outros programas experimentais, visto que esse produto começa a desidratar aos 70 °C. O autor ressalta que essa presença pode ser relacionada com uma possível estabilidade do material no interior da amostra coletada ou resultado de um processo de reidratação do concreto. Ruschel [39] aplicou a difração de raios X na inspeção de uma estrutura sinistrada, e observou, em amostras oriundas de diversos pilares afetados pelo fogo, redução dos picos de portlandita, principalmente no topo dos elementos estruturais, onde houve acúmulo de gases quentes e, por consequência, uma maior degradação do concreto.

3.3 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

A porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) tem como princípio a imposição de um fluido não molhante, nesse caso o mercúrio, que seja capaz de penetrar nos poros do material, sendo que a pressão e o volume de fluido penetrado são utilizados no cálculo do volume de poros. O tamanho dos poros, que pode ser mensurado, varia de 0,001 µm até 1000 µm, dependendo da pressão utilizada [32].

Peng e Huang [17] verificaram um aumento da porosidade para as 3 amostras de concreto de resistência à compressão de 40 MPa, 70 MPa e 110 MPa, aquecidas a 600 °C. O resultado corroborou com o observado nas micrografias dos autores. Para Zhang, Ye e Koenders [15], que investigaram o comportamento de pastas de cimento com relação a/c de 0,5, a porosidade total obtida via PIM aumentou com o acréscimo de temperatura. A Figura 10 mostra que o aumento da porosidade total foi maior após 400 °C, patamar no qual ocorreu a desidratação da portlandita.

Esse aumento elevado da porosidade após 400 °C também foi observado por Wang et al. [38], que estudaram pastas de cimento com resistência à compressão de 42 MPa e relação a/c de 0,4, aquecidas a 400 °C e 800 °C. Os autores apontaram que, na temperatura ambiente, a porosidade total era de 26,9 %. Aos 400 °C esse valor foi para 29,8 %, e, aos 800 °C, para 45,5 %, o que explica o decréscimo de resistência acentuado neste patamar.

3.4 Outras técnicas experimentais

Apesar das técnicas relatadas serem utilizadas com predominância

na caracterização da microestrutura do concreto submetido a altas temperaturas, outras importantes ferramentas para a análise do material degradado podem ser feitas, como a da análise térmica diferencial (DTA) e termogravimétrica (TGA). Nesse tipo de análise, uma amostra do concreto é aquecida em um forno, com uma amostra inerte similar. Durante o aquecimento as alterações na massa da amostra são monitoradas, de modo a identificar a presença dos componentes do material [7].

Handoo, Agarwal e Agarwal [18] aplicaram essas análises térmicas na avaliação de concretos convencionais de resistência à compressão de 47 MPa, aquecidos até 1000 °C. Os autores verificaram uma redução na quantidade de portlandita a partir dos 300 °C, sendo nula aos 800 °C. No Brasil, Lima [20] realizou ensaios dessa natureza em pastas de cimento e verificou a decomposição da etringita aos 50 °C, a desidratação da portlandita aos 500 °C e aos 800 °C, redução do dióxido de carbono, oriundo da desidratação do carbonato de cálcio. Visto que o aquecimento promove alterações na coloração do concreto, alguns autores utilizaram técnicas focadas na colorimetria. Annerel e Taerwe [14] utilizaram espectrofotometria e um scanner de mesa para a análise, observando transformações da cor da pasta de cimento de cinza para vermelho (300 – 600 °C), cinza esbranquiçado (600 – 900 °C) e castanho (900 – 1000 °C). Hager [8] também utilizou scanner de mesa para a análise das transformações na cor do material. Na Figura 11 podem ser observadas algumas das imagens obtidas pelo autor, que ressalta que essas alterações estão diretamente ligadas com alterações nas propriedades físicas e químicas do agregado e da pasta.

Já Georgali e Tsakiridis [2] utilizaram microscopia ótica na análise de concretos de uma estrutura submetida a um incêndio real. Nas amostras superficiais do elemento estrutural foi observada a ausência dos cristais de portlandita, visualizados no interior do elemento, e a transformação dos agregados carbonáticos em CaO, indicando que a temperatura alcançou 900 °C na face exposta do elemento.

3.5 Discussão

Dos trabalhos compilados, verifica-se que as técnicas estudadas apresentam grande potencialidade na identificação das alterações físicas, químicas e mineralógicas do concreto submetido a altas temperaturas. De maneira geral, as técnicas são convergentes entre si, e permitem confirmar as principais transformações conhecidas no concreto aquecido. Entretanto, alguns aspectos devem ser observados na utilização dessas técnicas experimentais.

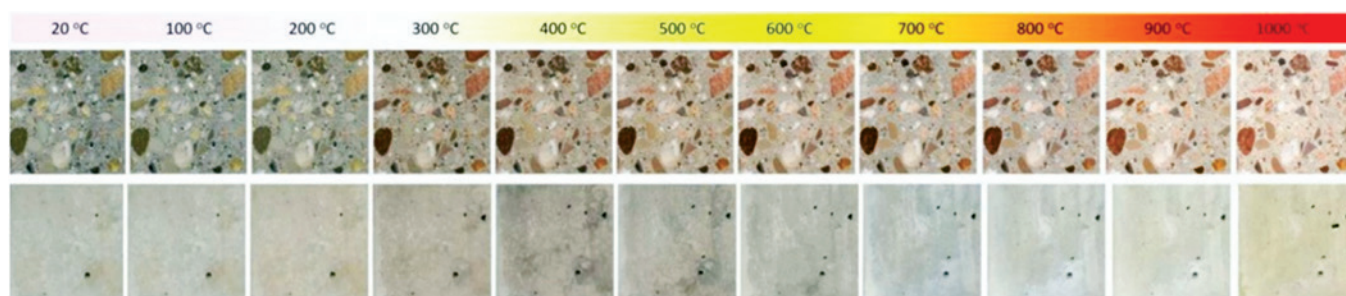


Figura 11 Alteração da coloração em função da temperatura (adaptado (8))

O primeiro aspecto a ser apontado é a natureza da amostra dos programas estudados. Dos 35 trabalhos compilados na Tabela 2 somente 4 estudaram o comportamento de concretos oriundos de elementos estruturais de escala real. Essa diferença é significativa, principalmente em termos dos gradientes térmicos desenvolvidos, que variam substancialmente em função das dimensões do corpo de prova e do elemento estrutural. Essa variabilidade também é afetada pelo método de aquecimento da amostra, seja laboratorial (taxa de aquecimento, curva, faces aquecidas, entre outros) ou real (incêndio). Ainda em relação à amostra, os programas experimentais estudados não apresentam detalhes específicos sobre a sua preparação, nem indicaram se alguma norma foi seguida. Por exemplo, a amostra utilizada na análise de difratometria de raios X é em forma de pó e o método de moagem não foi apresentada nos trabalhos compilados. Esses procedimentos devem ser padronizados e normas devem ser seguidas, para uma maior confiabilidade nos resultados. Da mesma forma, o processo de coleta da amostra, no caso de uma estrutura incendiada, também deve ser normatizado. Por exemplo, uma das opções para a obtenção das amostras é a extração de testemunhos, via serra diamantada. Esse processo pode introduzir efeitos deletérios no testemunho [40], como fissuras adicionais, que podem influenciar nos resultados da microscopia eletrônica de varredura e porosimetria por intrusão de mercúrio. Outro aspecto a ser ressaltado é que, apesar do conhecimento das principais alterações incididas e dos respectivos patamares de temperatura [19], uma relação direta entre micro e macro ainda não foi completamente estabelecida, devido à complexidade dos fenômenos envolvidos, a variabilidade e variedade dos concretos estudados, bem como a natureza dispersa e isolada dos ensaios em altas temperaturas [6].

De qualquer forma, os métodos experimentais microestruturais apresentam-se como uma importante ferramenta no diagnóstico de estruturas incendiadas e os trabalhos futuros devem focar no estabelecimento de métodos e procedimentos normativos, com fins de aplicação em casos reais de incêndio, bem como na obtenção das relações entre microestrutura e propriedades do concreto.

4. Conclusão

Neste trabalho foi realizada uma revisão das técnicas de análise na microestrutura do concreto submetido a altas temperaturas. Verificou-se que a degradação do material está diretamente ligada com as características do concreto e com o processo de aquecimento. No caso dos agregados, a temperatura promove a expansão dos mesmos, podendo levar até mesmo a mudança de fase, dependendo do patamar de temperatura. Na pasta de cimento hidratada, a temperatura causa transformações químicas nos produtos da hidratação, levando ao surgimento de fissuras, vazios e uma intensa retração da pasta. Esses efeitos, somados à movimentação diferencial entre a pasta e os agregados, promovem intensa degradação das propriedades do concreto.

Essas alterações microestruturais podem ser observadas e detectadas por meio de técnicas experimentais. A MEV permite observar o surgimento de fissuras, vazios e alterações morfológicas nos compostos hidratados. A DRX permite a identificação da degradação dos elementos presentes no concreto, principalmente em termos de redução da portlandita, que pode ser utilizada como

indicador do dano e da evolução de temperatura num elemento estrutural. A PIM contribui na identificação do aumento da porosidade da pasta, sendo que esses valores podem ser diretamente relacionados com a redução da resistência mecânica à compressão e com as demais observações microestruturais. Outras técnicas, como a colorimetria, o DTA e o DTG fornecem informações complementares, que auxiliam no diagnóstico do concreto submetido a altas temperaturas.

Apesar da destacada potencialidade, alguns aspectos devem ser observados na aplicação destas técnicas. A maioria dos trabalhos experimentais compilados utilizam amostras de pequena escala aquecidas em laboratórios, que não contemplam as diversas variáveis de uma estrutura real submetida a um incêndio. Outro fator relevante é que ainda não existem procedimentos padronizados, tanto para a extração quanto para a preparação de amostras utilizadas nessas análises. Verifica-se a necessidade do estabelecimento de procedimentos específicos para o caso de inspeção de estruturas afetadas por incêndio, detalhando o local de retirada de amostras, a forma de obtenção e o preparo das amostras.

A padronização das técnicas na inspeção das estruturas conduzirá a resultados mais confiáveis, contribuindo para o diagnóstico e a definição de estratégias de terapia das estruturas sinistradas. De qualquer modo, as técnicas se apresentam como uma importante ferramenta de diagnóstico de estruturas atingidas por altas temperaturas, principalmente quando aplicadas em conjunto, visto a concordância entre os resultados. A experiência obtida com a sua aplicação contribuirá para o melhor entendimento destas técnicas e o seu aprimoramento.

5. Referências bibliográficas

- [1] TOVEY, A. L.; CROOK, R. L. Experience of Fires in Concrete Structures. ACI Special Publication, v. 32, 1986, p. 1-14.
- [2] GEORGALI, B.; TSAKIRIDIS, P.E. Microstructure of fire-damaged concrete. A case study. Cement and Concrete Composites, v. 27, n. 2, 2005, p. 255–259.
- [3] GUO, Z.; SHI, X. Experiment and Calculation of Reinforced Concrete at Elevated Temperatures, Waltham: Butterworth-Heinemann, 1ed, 2011, 311 p.
- [4] HAGER, I. Behaviour of cement concrete at high temperature. Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences, v. 61, n. 1, 2013, p. 1–10.
- [5] KHOURY, G.A. Effect of fire on concrete and concrete structures. Progress in Structural Engineering and Materials, v. 2, n. 4, 2000, p. 429–447.
- [6] Fédération internationale du béton – FIB. fib Bulletin 38: Fire design of concrete structures - materials, structures and modelling, 2007, 106 p.
- [7] Fédération internationale du béton – FIB. fib Bulletin 46: Fire design of concrete structures — structural behaviour and assessment, 2008, 214 p.
- [8] HAGER, I. Colour Change in Heated Concrete, Fire Technology, v. 50, n. 4, 2013, p. 945-958.
- [9] ANNEREL, E.; TAERWE, L. Revealing the temperature history in concrete after fire exposure by microscopic analysis. Cement and Concrete Research, v. 39, n. 12, 2009, p. 1239–1249.

- [10] COLOMBO, M.; FELICETTI, R. New NDT techniques for the assessment of fire-damaged concrete structures, *Fire Safety Journal*, v. 42, n. 6-7, 2007, p. 461–472.
- [11] SCHNEIDER, U. Repairability of Fire Damaged Structures, *Fire Safety Journal*, v. 16, 1990, p. 251–336.
- [12] YOSHIDA, M.; OKAMURA, Y.; TASAKA, S.; SHIMODE, T. A Study On Temperature Estimation In Concrete Members After Fire. *Fire Safety Science*, v. 4, 1994, p. 1183–1194.
- [13] INGHAM, J.P. Application of petrographic examination techniques to the assessment of fire-damaged concrete and masonry structures. *Materials Characterization*, v. 60, n. 7, 2009, p. 700–709.
- [14] ANNEREL, E.; TAERWE, L. Methods to quantify the colour development of concrete exposed to fire. *Construction and Building Materials*, v. 25, n. 10, 2011, p. 3989–3997.
- [15] ZHANG, Q.; YE, G.; KOENDERS, E. Investigation of the structure of heated Portland cement paste by using various techniques. *Construction and Building Materials*, v. 38, 2013, p. 1040–1050.
- [16] CARRÉ, H.; HAGER, I.; PERLOT, C. Contribution to the development of colorimetry as a method for the assessment of fire-damaged concrete. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, v. 18, n. 10, 2014, p. 1130-1144.
- [17] PENG, G.F.; HUANG, Z.S. Change in microstructure of hardened cement paste subjected to elevated temperatures. *Construction and Building Materials*, v. 22, n. 4, 2008, p. 593–599.
- [18] HANDOO, S.K.; AGARWAL, S.; AGARWAL, S.K. Physico-chemical, mineralogical, and morphological characteristics of concrete exposed to elevated temperatures. *Cement and Concrete Research*, v. 32, n. 7, 2002, p. 1009–1018.
- [19] LIM, S.; MONDAL, P. Micro- and nano-scale characterization to study the thermal degradation of cement-based materials. *Materials Characterization*, v. 92, 2014, p. 15–25.
- [20] LIMA, R. C. A. Investigação do comportamento de concretos em temperaturas elevadas, Porto Alegre, 2005, Thesis (PhD) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 257 p.
- [21] SOUZA, A. A. A. Influência do tipo de agregado nas propriedades mecânicas do concreto submetido ao fogo, Campinas, 2005, Thesis (Master) – Universidade Estadual de Campinas, 169 p.
- [22] CARVALHO, E. F. T. Estudo da resistência ao fogo do concreto de alto desempenho com metacaulim e adição de fibras, Ouro Preto, 2006, Thesis (PhD) - Universidade Federal de Ouro Preto, 177 p.
- [23] SOUSA, M. M. Estudo experimental do comportamento mecânico e da microestrutura de um concreto convencional após simulação das condições de incêndio, Belo Horizonte, 2009, Thesis (Master) - Universidade Federal de Minas Gerais, 126 p.
- [24] KIRCHHOF, L. D. Estudo teórico-experimental da influência do teor de umidade no fenômeno de spalling explosivo em concretos expostos a elevadas temperaturas, Porto Alegre, 2010, Thesis (PhD) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 262 p.
- [25] BRITZ, C. A. Avaliação de pilares de concreto armado colorido de alta resistência , submetidos a elevadas temperaturas, São Paulo, 2011, Thesis (PhD) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 252 p.
- [26] XING, Z.; BEAUCOUR, A.-L.; HEBERT, R.; NOUMOWE, A.; LEDESERT, B. Influence of the nature of aggregates on the behaviour of concrete subjected to elevated temperature. *Cement and Concrete Research*, v. 41, n. 4, 2011, p. 392–402.
- [27] MINDEGUIA, J.C.; PIMENTA, P.; CARRÉ, H.; LA BORDE-RIE, C. On the influence of aggregate nature on concrete behaviour at high temperature. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, v. 16, n. 2, 2012, p. 236–253.
- [28] MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. *Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais*, São Paulo: IBRACON, 2ed, 2014, 782 p.
- [29] BOLINA, F. L. Avaliação experimental da influência dos requisitos de durabilidade na segurança contra incêndio de protótipos de pilares pré-fabricados de concreto armado, São Leopoldo, 2016. Thesis (Master). Curso de Arquitetura, Universidade do Vale do Rio dos Sinos, 180p
- [30] CASTELLOTE, M.; ALONSO, C.; ANDRADE, C.; TURRILLAS, X.; CAMPO, J. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, v. 34, n. 9, 2004, p. 1633–1644.
- [31] DENOËL, J.F. *Fire Safety and Concrete Structures*, Bruxelles: Febelcem, 1.ed, 2007, 87 p.
- [32] ZHANG, Q. Microstructure and deterioration mechanisms of portland cement paste at elevated temperature, Delft, 2013, Tese (PhD) - Technische Universiteit Delft, 175 p.
- [33] LIMA, R.C.A.; KIRCHHOF, L.D.; SILVA FILHO, L.C.P. Variação de propriedades mecânicas de concretos convencionais e de alta resistência em temperaturas elevadas. *Concreto & Construção*, v. 46, 2007, p. 65-68.
- [34] PAULON, V.; KIRCHHEIM, A.P. Nanoestrutura e Microestrutura do Concreto Endurecido. In: ISAIA, G.C. (Ed.), *Concreto: Ciência e Tecnologia*, IBRACON, São Paulo, 2011: p. 585.
- [35] DAL MOLIN, D. C. C. Técnicas Experimentais para o Estudo da Microestrutura. In: ISAIA, G.C. (Ed.), *Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais*, 2.ed., IBRACON, São Paulo, 2010: p. 862.
- [36] ARIÓZ, O. Retained properties of concrete exposed to high temperatures: Size effect. *Fire and Materials*, v. 33, n. 5, 2009, p. 211–222.
- [37] 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*, v. 50, 2013, p. 34–40.
- [38] WANG, G.; ZHANG, C.; ZHANG, B.; LI, Q.; SHUI, Z. Study on the high-temperature behavior and rehydration characteristics of hardened cement paste. *Fire and Materials*, v. 39, n. 5, 2015, p. 741-750.
- [39] RUSCHEL, F. Avaliação da utilização de ferramentas de simulação computacional para reconstrução de incêndios em edificações de concreto armado: aplicação ao caso shopping total em Porto Alegre-RS, Porto Alegre, 2011, Thesis (Master) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 133 p.

- [40] SILVA FILHO, L.C.P.; HELENE, P. Análise de Estruturas de Concreto com Problemas de Resistência e Fissuração. *In*: ISAIA, G.C. (Ed.), *Concreto: Ciência e Tecnologia*, IBRACON, São Paulo, 2011: p.1129.
- [41] ROSTASY, F.S.; WEIß, R.; WIEDEMANN, G. Changes of Pore Structure of Cement Mortars Due To Temperature. *Cement and Concrete Research*, v. 10, n. 2, 1980, p. 157–164.
- [42] PIASTA, J.; SAWICZ, Z.; RUDZINSKI, L. Changes in the structure of hardened cement paste due to high temperature. *Matériaux et Construction*, v. 17, n. 4, 1984, p. 291–296.
- [43] CHAN, S.N.; PENG, G.; CHAN, J.W. Comparison between high strength concrete and normal strength concrete subjected to high temperature. *Materials and Structures*, v. 29, 1996, p. 616–619.
- [44] SAAD, M.; ABO-EL-ENEIN, S; HANNA, G. B.; KOTKATA, M.F. Effect of temperature on physical and mechanical properties of concrete containing silica fume. *Cement and Concrete Research*, v. 26, n. 5, 1996, p. 669–675.
- [45] LIN, W.M.; LIN, T.D.; POWERS-COUCHE, L.J. Microstructures of fire-damaged concrete, *ACI Materials Journal*, v. 93, n. 3, 1996, p. 199–205.
- [46] LUO, X.; SUN, W.; CHAN, Y.N. Residual compressive strength and microstructure of high performance concrete after exposure to high temperature. *Materials and Structures*, v. 33, 2000, p. 294–298.
- [47] SHORT, N.R.; PURKISS, J.A.; GUISE, S.E. Assessment of fire damaged concrete using colour image analysis, *Construction and Building Materials*, v. 15, n. 1, 2001, p. 9–15.
- [48] POON, C.S.; AZHAR, S.; ANSON, M.; WONG, Y.L. 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, 2001, p. 1291–1300.
- [49] ALARCON-RUIZ, L.; PLATRET, G.; MASSIEU, E.; EHR-LACHER, A. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. *Cement and Concrete Research*, v. 35, n. 3, 2005, p. 609–613.
- [50] WANG, X.S.; WU, B.S.; WANG, Q.Y. Online SEM investigation of microcrack characteristics of concretes at various temperatures. *Cement and Concrete Research*, v. 35, n. 7, 2005, p. 1385–1390.
- [51] WENDT, S.C. Análise da mudança de cor em concretos submetidos a altas temperaturas como indicativo de temperaturas alcançadas e da degradação térmica, Porto Alegre, 2006, Thesis (Master) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 186 p.
- [52] BIOLZI, L.; CATTANEO, S.; ROSATI, G. Evaluating residual properties of thermally damaged concrete. *Cement and Concrete Composites*, v. 30, n. 10, 2008, p. 907–916.
- [53] FALL, M.; SAMB, S.S. Effect of high temperature on strength and microstructural properties of cemented paste backfill. *Fire Safety Journal*, v. 44, n. 4, 2009, p. 642–651.
- [54] MENÉNDEZ, E.; VEGA, L. Analysis of the behaviour of the structural concrete after the fire at the Windsor Building in Madrid. *Fire and Materials*, v. 34, n. 2, 2009, p 95–107.
- [55] IBRAHIM, R.K.; HAMID, R.; TAHA, M.R. Fire resistance of high-volume fly ash mortars with nanosilica addition. *Construction and Building Materials*, v. 36, 2012, p. 779–786.
- [56] AKCA, A.H.; ZIHNIÖĞLU, N.Ö. High performance concrete under elevated temperatures. *Construction and Building Materials*, v. 44, 2013, p. 317–328.
- [57] HEAP, M.J.; LAVALLÉE, Y.; LAUMANN, A.; HESS, K.U.; MEREDITH, P.G.; DINGWELL, D.B.; HUISMANN, S.; WEISE, F. The influence of thermal-stressing (up to 1000 °c) on the physical, mechanical, and chemical properties of siliceous-aggregate, high-strength concrete. *Construction and Building Materials*, v. 42, 2013, p. 248–265.
- [58] HEIKAL, M.; EL-DIDAMONY, H.; SOKKARY, T.M.; AHMED, I.A. Behavior of composite cement pastes containing microsilica and fly ash at elevated temperature. *Construction and Building Materials*, v. 38, 2013, p. 1180–1190.