

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
CURSO DE ENGENHARIA CIVIL

Alec Sobroza Daronco

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE CONCRETOS COM  
SUBSTITUIÇÃO PARCIAL DE CINZA DE CASCA DE ARROZ EM  
ALTAS TEMPERATURAS**

Santa Maria, RS  
2021

**Alec Sobroza Daronco**

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE CONCRETOS COM SUBSTITUIÇÃO  
PARCIAL DE CINZA DE CASCA DE ARROZ EM ALTAS TEMPERATURAS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Civil, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para a obtenção do título de **Engenheiro Civil**.

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Silva de Vargas

Santa Maria, RS  
2021

**Alec Sobroza Daronco**

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE CONCRETOS COM SUBSTITUIÇÃO  
PARCIAL DE CINZA DE CASCA DE ARROZ EM ALTAS TEMPERATURAS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Civil, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para a obtenção do título de **Engenheiro Civil**.

**Aprovado em:**

---

**Alexandre Silva de Vargas, Dr. (UFSM)**  
(Orientador)

---

**Erich David Rodriguez Martinez, Dr. (UFSM)**

---

**Rogério Cattelan Antochaves de Lima, Dr. (UFSM)**

Santa Maria, RS  
2021

## **AGRADECIMENTOS**

Ao meu professor orientador Alexandre Silva De Vargas, por me orientar, apoiar e com seu ensinamento, auxiliar-me na realização deste trabalho.

Aos professores Erich Martinez, Larissa Kirchof e Rogério Lima, por contribuírem com seus conhecimentos e incentivar a realização deste trabalho e aos demais professores que conheci durante a graduação.

Aos colegas do grupo de pesquisa, que me auxiliaram desde o início desta pesquisa e aos colegas e amigos que fiz durante o curso e estiveram comigo em todos os momentos.

Às equipes do Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC) e Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM), pelo auxílio na realização dos ensaios desta pesquisa.

À minha mãe, por estar sempre comigo desde o início.

## RESUMO

### **ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE CONCRETOS COM SUBSTITUIÇÃO PARCIAL DE CINZA DE CASCA DE ARROZ EM ALTAS TEMPERATURAS**

AUTOR: Alec Sobroza Daronco  
ORIENTADOR: Alexandre Silva De Vargas

O emprego de materiais cimentícios suplementares, como a cinza de casca de arroz (CCA), como substituição parcial do cimento Portland é comumente estudado e, em temperatura ambiente, pode conferir resistência mecânica e durabilidade ao concreto. Entretanto, é necessário aprofundar os estudos do comportamento de concretos com CCA quando elevados a altas temperaturas. Nesta pesquisa, a técnica de difração de raios X (DRX) foi utilizada para caracterizar mineralogicamente concretos contendo CCA antes e depois de serem expostos a altas temperaturas e para correlacionar as fases minerais identificadas com o comportamento mecânico das amostras. É importante salientar que esses concretos foram preparados em pesquisa anterior, com relação constante de a/agl de 0,45 e 25% de substituição de cimento por CCA. Após 91 dias de cura em câmara climatizada, as amostras foram aquecidas conforme as instruções da RILEM TC 129-MHT (RILEM Technical Committee, 2004) e permaneceram no forno por 60 minutos quando atingiram patamares de temperatura de 200 °C, 400 °C, 600 °C e 900 °C, a uma taxa de 1 °C/min. O ensaio de resistência à compressão foi realizado após o resfriamento lento dos corpos de prova. Foram coletados pequenos fragmentos dos corpos de prova submetidos à compressão, preparadas as amostras e realizadas análises de difração de raios X. Para as amostras de concreto contendo CCA, foi verificado nos difratogramas de raios X que a intensidade dos picos característicos de portlandita decresceu, sugerindo reações pozolânicas à temperatura ambiente. Entretanto, o aumento de resistência à compressão nesse patamar foi de 6,58%. A primeira redução de resistência à compressão representativa aconteceu nas amostras submetidas a 600 °C, 42% para o concreto referência e 44% para o concreto contendo CCA. Nesse patamar de temperatura não foram mais identificados os picos característicos de portlandita. Para as amostras expostas a 900 °C, não foram mais identificados os picos característicos de CaCO<sub>3</sub>. Nesse mesmo patamar de temperatura, houve a maior queda de resistência dos concretos, 95% para o concreto referência e 92% para o concreto contendo CCA.

Palavras-chaves: Concreto. Cinza de casca de arroz. Altas temperaturas. Microestrutura. DRX.

## ABSTRACT

### **MICROSTRUCTURAL ANALYSIS OF CONCRETES WITH PARTIAL REPLACEMENT OF RICE HUSK ASH AT HIGH TEMPERATURES**

AUTHOR: Alec Sobroza Daronco  
ADVISIER: Alexandre Silva de Vargas

The usage of supplementary cementitious materials, such as rice husk ash (RHA), as a partial replacement of Portland cement is commonly studied and at room temperature may provide mechanical strength and durability to concrete. However, it is necessary to further study the behavior of concretes with RHA when elevated at high temperatures. In this research, the X-ray diffraction (XRD) technique was used to mineralogically characterize concretes containing RHA before and after being exposed to high temperatures and to correlate the identified mineral phases with the mechanical behavior of the samples. It is importante to note that these concretes were prepared in a previous research with a constant w/b ratio of 0.45 and 25% cement replacement with RHA. After curing for 91 days in a climatic chamber, the samples were heated according to the RILEM TC 129-MHT instructions (RILEM Technical Committee, 2004) and remained in the oven for 60 minutes when they reached the temperature levels of 200 °C, 400 °C, 600 °C and 900°C, at a 1 °C/min rate. The compressive strength test was conducted after the samples were slowly cooled. Small fragments of the specimens subjected to comperssion were collected, samples were prepared and X-ray diffraction analysis were performed. For the concrete samples containing RHA, it was verified on the XRD patterns that the intensity of the characteristic peaks of portlandite decreased, suggesting pozzolanic reactions. However, the increase in compressive strength was 6,58%. The first significant reduction in compressive strength occurred in samples subjected to 600 ° C, 58% for the reference concrete and 56% for the concrete containing RHA. On this temperature level the characteristic peaks of portlandite were no longer identified. For samples exposed to 900 ° C, the characteristic peaks of CaCO<sub>3</sub> were no longer identified. At that same temperature level, there was the greatest reduction in compressive strength of concretes, 4,85% for the reference concrete and 7,60% for the concrete containing RHA.

Keywords: Concrete. Rice husk ash. High temperatures. Microstructure. XRD.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Difratoformas de raios-x da (a) areia; (b) argamassa de cimento aos 12 meses. ....	15
Figura 2 - Difratoforma de raios-x da pasta de cimento (a) e da argamassa (b) aos 2 meses. ....	20
Figura 3 - Difratoforma de raios-x de concreto com 10% de CCA aos 28 dias e em temperatura ambiente. ....	23
Figura 4 - DTG de argamassas de cimento Portland referência (a), com 30% de substituição de CCA (b) e com 50% de substituição de CCA. ....	24
Figura 5 - Resistência à compressão do concreto normal (NC) e dos concretos com diferentes substituições de cimento Portland por CCA (R10, R15, R20) submetidos a diferentes temperaturas..	26
Figura 6 - Difratoforma de raios-x de concretos com 20% de CCA aos 56 dias após serem submetidos a diferentes temperaturas por 2h. ....	27
Figura 7 - Fluxograma do programa experimental utilizando concreto referência e concreto com 25% de substituição de cimento por CCA elevados a diferentes temperaturas. ....	28
Figura 8 - Difratoforma do cimento CPV-ARI.....	31
Figura 9 - Difratoforma da CCA.....	32
Figura 10 - Curva granulométrica do agregado miúdo .....	34
Figura 11 - Curva granulométrica do agregado graúdo .....	35
Figura 12 - Forno industrial Sanchis .....	38
Figura 13 - DRX realizada no concreto REF (isento de CCA), sem ser submetido a altas temperaturas. ....	40
Figura 14 - DRX realizada no concreto CCA, sem ser submetido a altas temperaturas. ....	40
Figura 15 - DRX realizada no concreto REF aquecido até 900 °C. ....	42
Figura 16 - DRX realizada no concreto CCA aquecido até 900 °C. ....	43
Figura 17 - DRX realizada no concreto REF200. ....	53
Figura 18 - DRX realizada no concreto CCA200. ....	54
Figura 19 - DRX realizada no concreto REF400. ....	54
Figura 20 - DRX realizada no concreto CCA400. ....	55
Figura 21 - DRX realizada no concreto REF600. ....	56
Figura 22 - DRX realizada no concreto CCA600. ....	56
Figura 23 - DRX realizada no concreto REF900. ....	57
Figura 24 - DRX realizada no concreto CCA900. ....	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais compostos do cimento Portland. ....	14
Tabela 2 - Principais transformações que ocorrem no concreto devido à exposição em altas temperaturas. ....	17
Tabela 3 - Composição química da casca de arroz e cinza de casca de arroz (CCA). ....	21
Tabela 4 - Composição química do cimento CPV-ARI. ....	29
Tabela 5 - Características físicas do cimento CPV-ARI. ....	30
Tabela 6 - Composição química da CCA. ....	31
Tabela 7 - Características físicas da CCA. ....	32
Tabela 8 - Características físicas dos agregados miúdo e graúdo. ....	33
Tabela 9 - Traços unitários em relação à massa de cimento + CCA. ....	36
Tabela 10 - Consumo de materiais. ....	36
Tabela 11 - Resultado das resistências médias à compressão axial (MPa) e do desvio padrão de 4 corpos de prova de concreto da amostra referência e da amostra com CCA na idade de 91 dias não submetidas a altas temperaturas. ....	39
Tabela 12 - Resultado das resistências médias à compressão axial (MPa) e do desvio padrão de 4 corpos de prova de concreto das amostras referência e da amostra com CCA na idade de 91 dias submetidas a altas temperaturas. ....	41



## LISTA DE ABREVIATURAS

a/agl	Relação água/aglomerante
ABCP	Associação Brasileira de Cimento Portland
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
C	Carbonato de cálcio
C <sub>2</sub> S	Belita
C <sub>3</sub> S	Alita
CaCO <sub>3</sub>	Carbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Ca(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de cálcio
Cb	Cristobalita
CCA	Cinza de casca de arroz
CCA	Traço de concreto com cinza de casca de arroz
CH	Hidróxido de cálcio
CPV-ARI	Cimento Portland de alta resistência inicial
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
DRX	Difração de raios X
DTG	Termogravimetria derivada
Gt	Giga tonelada
H <sub>2</sub> O	Água
H	Água
LACER	Laboratório de Materiais Cerâmicos
LAPAM	Laboratório de Processos Ambientais
LMCC	Laboratório de Materiais de Construção Civil
LMMM	Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos
Mpa	Mega pascal
P	Portlandita
Q	Quartzo
REF	Traço de concreto referência
S	Dióxido de silício
SiO <sub>2</sub>	Dióxido de silício
TGA	Análise termogravimétrica
UFSM	Universidade Federal de Santa Maria
VPU	Velocidade de propagação do pulso ultrassônico
°C	Grau Celsius

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>11</b>
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	11
1.2 OBJETIVOS .....	12
<b>1.2.1 Objetivo geral</b> .....	<b>12</b>
<b>1.2.2 Objetivo específico</b> .....	<b>12</b>
1.3 JUSTIFICATIVA .....	12
<b>2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	<b>14</b>
2.1 COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL DO CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND .....	14
2.2 COMPORTAMENTO DO CONCRETO EM ALTAS TEMPERATURAS .....	15
2.3 ESTUDO DE CONCRETOS CONTENDO CINZA DE CASCA DE ARROZ (CCA).....	21
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>28</b>
3.1 MATERIAIS.....	29
<b>3.1.1 Aglomerantes</b> .....	<b>29</b>
<b>3.1.2 Agregados</b> .....	<b>33</b>
<b>3.1.3 Aditivo</b> .....	<b>35</b>
<b>3.1.4 Água</b> .....	<b>35</b>
3.2 ETAPAS DA PESQUISA.....	35
<b>3.2.1 Traços utilizados</b> .....	<b>35</b>
<b>3.2.2 Preparação, moldagem e cura dos corpos de prova.</b> .....	<b>36</b>
<b>3.2.3 Exposição às altas temperaturas</b> .....	<b>37</b>
<b>3.2.4 Ensaio realizados</b> .....	<b>38</b>
<b>4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS</b> .....	<b>39</b>
4.1 RESULTADOS NA TEMPERATURA AMBIENTE.....	39
4.2 RESULTADOS APÓS EXPOSIÇÃO A ELEVADAS TEMPERATURAS.....	41
<b>5. CONCLUSÕES</b> .....	<b>45</b>
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	45
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>47</b>
<b>APÊNDICE A – DIFRATOGRAMAS DOS CONCRETOS REF E CCA SUBMETIDOS A ALTAS TEMPERATURAS</b> .....	<b>53</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Neste capítulo, serão apresentados o tema da pesquisa e sua contextualização. Além disso, serão apresentados os objetivos gerais e específicos e as justificativas que levaram a escolha do tema.

### 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O arroz é um alimento básico em diversas partes do mundo, inclusive no Brasil. Segundo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE, 2020), a safra brasileira de arroz no ano 2019 foi de 10,2 milhões de toneladas, sendo dessas 70% foram produzidas no estado do Rio Grande do Sul. A casca de arroz é utilizada em arroseiras como combustível no processo de beneficiamento do grão. A cinza gerada é um material residual e muitas vezes, não tem destino específico, sendo descartada em aterros, gerando impactos ambientais, como a poluição de mananciais de água, do ar e do solo (TRINDADE, 2012).

Um destino interessante para as CCA é seu uso como material pozolânico. O seu uso na produção de concreto proporciona um decréscimo no descarte de materiais residuais e uma redução no uso de cimento em concreto. Apesar da importância do cimento na construção civil, o seu uso acelerado acarreta impactos ambientais devido à extração de recursos ambientais e à emissão de CO<sub>2</sub> durante a produção de cimento (MAJIDI, 2011). A partir da segunda guerra mundial, a produção de cimento cresceu rapidamente e a emissão cumulativa entre 1928 e 2018 foi de 38,3±Gt CO<sub>2</sub>, 71% da qual aconteceu após 1990 (ANDREW, 2019). Além disso, o maior impacto da produção de cimento na qualidade do solo provém da extração de recursos, disposição de resíduos, armazenamento de material e deposição atmosférica (AL-DADI et al., 2014 apud SALAS et al., 2016). Tendo isso em vista, buscam-se materiais alternativos, de menor impacto ambiental, que possam ser utilizados como adição aos materiais cimentícios, ou que possam substituir total ou parcialmente o cimento Portland. Um desses materiais é a cinza de casca de arroz (CCA) (SALAS et al., 2016).

Além do fator ambiental, a CCA pode melhorar as propriedades do concreto: aumentos da resistência à compressão, da resistência à flexão e da durabilidade, assim como mitigação da reação álcali-agregado e da redução da retração do concreto (SINGH, 2018). Essas melhorias proporcionadas pelo uso de CCA em concretos são devidas ao efeito químico, por meio de reações pozolânicas, e ao efeito físico, por meio do refinamento nos poros da estrutura, ou seja,

sua porosidade é diminuída (SENSALE, 2010). Porém, quando há aumento de temperatura, devido a um incêndio, por exemplo, a água evaporada apresenta dificuldade para sair do interior de concretos com baixa porosidade, aumentando a poro-pressão (ALMEIDA, 2017).

Em 2019, houve 866 ocorrências de incêndios estruturais no Brasil, representando uma alta de 63,1% em relação a 2018, quando houve 531 registros (INSTITUTO SPRINKLER BRASIL, 2020). Estruturas de concreto armado, geralmente, apresentam um bom desempenho em situação de incêndio. Na maioria dos casos, os danos causados pelo incêndio não são severos, possibilitando a reabilitação da estrutura, já que não há colapso estrutural (MOLKENS, COILE e GERNAY, 2017; NI e GERNAY, 2020). No entanto, há poucos estudos referentes ao comportamento de concretos com CCA incorporadas. Esses estudos podem ser importantes, por exemplo, durante a perícia de estruturas sinistradas (LIMA, 2005).

## 1.2 OBJETIVOS

### 1.2.1 Objetivo geral

Avaliar o efeito da CCA nas características microestruturais de concretos submetidos a altas temperaturas.

### 1.2.2 Objetivo específico

Caracterizar mineralogicamente, com o auxílio da técnica de difração de raios X (DRX), concretos contendo CCA quando expostos a altas temperaturas;

Avaliar a substituição parcial do cimento Portland pela CCA na resistência à compressão antes e depois dos concretos serem submetidos a altas temperaturas;

Correlacionar as fases minerais identificadas com o auxílio da DRX com o comportamento mecânico das amostras.

## 1.3 JUSTIFICATIVA

Apesar do concreto ser o material mais usado na construção, a produção de cimento tem impactos ambientais consideráveis, um deles é a alta emissão de CO<sub>2</sub> (ANDREW, 2019; ANTIOHOS et al., 2013). O desenvolvimento sustentável de concretos pode ser alcançado com

o uso de materiais cimentícios suplementares, como a CCA, sem que haja comprometimento da durabilidade e segurança da estrutura (ANTIOHOS et al., 2013).

A CCA é um resíduo agrícola e seu uso como substituição parcial ao cimento Portland em concretos em temperatura ambiente é bastante estudado e apresenta resultados satisfatórios: ela confere resistência mecânica e durabilidade ao concreto (ZHANG, LASTRA E MALHOTRA, 1996; SENSALÉ, 2006; MAJIDI, 2011; W.H WANG, MENG E D.Z. WANG, 2017). Isso acontece devido às reações pozolânicas, onde há o consumo lento de portlandita (CH), pelo material pozolânico, formando silicato de cálcio hidratado (C-S-H) (CORDEIRO, 2009). A reação pozolânica, ainda forma outros compostos, como o cálcio aluminato hidratado (C-A-H), que age apenas como filler e reduz a porosidade da estrutura (CORDEIRO, 2009).

Entretanto, o comportamento de concretos com CCA incorporada, quando expostos a situações excepcionais, como as elevadas temperaturas de um incêndio, não é bastante encontrado na literatura. Concretos com adição de CCA são mais suscetíveis à ocorrência de *spalling* do que concretos convencionais, já que eles são menos porosos, dificultando a saída de vapor d'água (ALMEIDA, 2017).

Estudos referentes a microestrutura de concretos com substituição parcial de cimento por CCA elevados a altas temperaturas são ainda mais escassos. Portanto, é necessário avançar os estudos a respeito do seu comportamento microestrutural, para que haja mais segurança ao dimensionar estruturas de concreto com CCA ou realizar investigações de estruturas de concreto com CCA que sofreram danos devido a incêndios.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL DO CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND

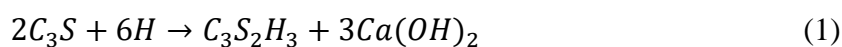
De acordo com Neville (2016), o cimento Portland possui quatro compostos principais: silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico. Esses compostos, assim como suas composições químicas e notações utilizadas na química de cimento, encontram-se na tabela 1. O  $C_3S$  e o  $C_2S$  presentes em cimentos comerciais são impuros, sendo também conhecidos, respectivamente, por alita e belita (NEVILLE, 2016).

Tabela 1 - Principais compostos do cimento Portland.

Nome do composto	Composição em óxidos	Abreviatura
Silicato tricálcico	$3CaO.SiO_2$	$C_3S$
Silicato dicálcico	$2CaO.SiO_2$	$C_2S$
Aluminato tricálcico	$3CaO.Al_2O_3$	$C_3A$
Ferroaluminato tetracálcico	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	$C_4AF$

Fonte: Neville, (2016)

Segundo Neville (2016), ao adicionar água, os silicatos e aluminatos listados na tabela 1 formam uma massa firme e resistente, ou seja, a pasta de cimento hidratada. Os principais compostos hidratados são classificados como silicatos de cálcio hidratados e aluminato tricálcico hidratado. Ainda é incerto se o  $C_3S$  e o  $C_2S$  resultam no mesmo produto hidratado, sendo conveniente representar os silicatos de cálcio hidratados por C-S-H. Para Senff, Folgueras e Hotza (2005) e Reis (2014) há dificuldade para reação de hidratação da belita quando comparada à alita, então ocorre em idades posteriores. As equações 1 e 2 representam, respectivamente, as reações de hidratação do  $C_3S$  e do  $C_2S$ , considerando que o produto final da hidratação de ambas é o  $C_3S_2H_3$  (NEVILLE, 2016).

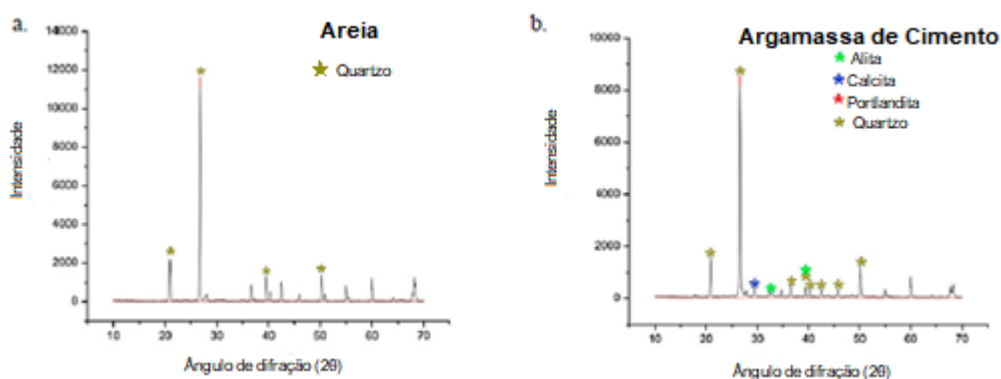


De acordo com Neville (2016), a reação do  $C_3A$  puro com a água resulta no enrijecimento instantâneo da pasta. Para evitar a pega instantânea, adiciona-se sulfato de cálcio hidratado ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$  – gipsita) ao clínquer. O sulfato de cálcio e o  $C_3A$  reagem formando etringita ( $3CaOAl_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O$ ) (NEVILLE, 2016).

Uma técnica que permite a avaliação microestrutural do concreto de cimento Portland, é a difratometria de raios-x (FERNANDES, 2017). Nessa técnica, fótons de raios-x incidem na amostra e são difratados por uma rede cristalina, captados e processados por circuitos eletrônicos. Esses dados são plotados em um gráfico, o difratograma, e seus eixos coordenados são a intensidade da radiação difratada, que é proporcional à concentração dos respectivos cristais, e o ângulo de difração ( $2\theta$ ) (STUTZMAN, 1996 apud LIMA, 2005).

Fernea et al. (2018) realizaram análises de DRX em pastas e argamassas de cimento Portland com relação água/cimento de 0,5. Os autores encontraram que a influência da areia na mistura da pasta de cimento dificulta a análise dos compostos cristalinos, devido à presença de quartzo encontrado na areia. A figura 1.a e 1.b mostram, respectivamente, os difratogramas de raios-x da areia e da argamassa de cimento (FERNEA et al., 2018).

Figura 1 - Difratogramas de raios-x da (a) areia; (b) argamassa de cimento aos 12 meses.



Fonte: Adaptado, Fernea et al., 2018

## 2.2 COMPORTAMENTO DO CONCRETO EM ALTAS TEMPERATURAS

A norma brasileira NBR 14432 - Exigências de resistência ao fogo de elementos construtivos de edificações - Procedimento (ABNT, 2001) estabelece que os elementos estruturais e de compartimentação que integram um edifício devem atender as seguintes condições para que o colapso estrutural seja evitado:

- Fuga dos ocupantes da edificação em situação de segurança;

- Segurança das operações de combate ao incêndio;
- Minimização de danos a edificações adjacentes e à infraestrutura pública.

Estruturas de concreto são conhecidas pelo seu bom desempenho quando submetidas a altas temperaturas. O concreto é um material não combustível e apresenta baixa condutividade térmica – a habilidade de um material conduzir energia térmica. Isso faz com que concretos expostos ao fogo demorem a aquecer (BUCHANAN e ABU, 2017).

Para temperaturas até 80 °C, a pasta de cimento hidratada permanece quimicamente estável (ALMEIDA, 2017). Entretanto, de acordo com Albuquerque (2012), o concreto também apresenta problemas quando em situação de incêndio. A partir dos 100 °C, sua capacidade resistente é reduzida devido à degeneração de suas propriedades mecânicas: resistência à compressão e módulo de elasticidade.

Os primeiros efeitos do aumento da temperatura do concreto ocorrem entre 100 e 200 °C, quando ocorre a evaporação da água livre. À medida que a temperatura se aproxima de 250 °C, há início da evaporação da água quimicamente combinada (GEORGALI e TSAKIRIDIS, 2005). Alqassim et al. (2016) explicam que isso ocorre devido ao início da desidratação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H) entre 180 e 300 °C. A primeira redução considerável de resistência à compressão, geralmente se dá entre 200 e 250 °C. A 300 °C a redução da resistência à compressão está entre 15 a 40% da resistência original e a 550 °C essa redução está entre 55 a 70% da original. Temperaturas entre 380 e 550 °C são críticas, pois nessa temperatura acontece a desidratação do hidróxido de cálcio (GEORGALI e TSAKIRIDIS, 2005; ALQASSIM et al., 2016). Essa desidratação explica a redução significativa de resistência à compressão do concreto nesse patamar (ALMEIDA, 2017). Devido à decomposição da portlandita, há um aumento de CaO na pasta de cimento (HAGER, 2013). A reação de desidratação do hidróxido de cálcio se encontra na equação 3. Annerel e Taerwe (2009) acrescentam que a desintegração da portlandita resulta em uma matriz cimentícia bastante porosa. Castellote et al. (2004), verifica que durante o resfriamento do concreto, há reidratação parcial do CaO, originando portlandita secundária, entretanto, essa portlandita é menos cristalina e se desidrata em temperaturas mais baixas que a original. A reação de reidratação é expansiva, podendo causar aumento da porosidade e da fissuração, assim como provocar a degradação do concreto (ALMEIDA, 2017). Entre 600 e 800 °C, observa-se uma segunda fase de decomposição de C-S-H com formação de belita ( $\beta$ - $C_2S$ ), até a destruição completa do gel a 900 °C (HAGER, 2013; ALMEIDA, 2017).





Entre 650 e 900 °C, há a decomposição do carbonato de cálcio (ALARCON-RUIZ et al., 2005; ALQASSIM, et al., 2016). A decomposição do carbonato de cálcio se encontra na equação 4. Alarcon-Ruiz et al. (2005) ainda mencionam que a desidratação do  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  e a decomposição do  $\text{CaCO}_3$  são correlacionadas. Em amostras expostas a temperaturas superiores a 700 °C, há um aumento de portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) correspondente a um decréscimo da reação de descarbonatação do  $\text{CaCO}_3$ . Isso é causado principalmente devido ao período de resfriamento dentro do forno após o aquecimento das amostras. Um resumo das principais transformações que ocorrem no concreto exposto a elevadas temperaturas se encontra na tabela 2.



Tabela 2 - Principais transformações que ocorrem no concreto devido à exposição em altas temperaturas.

Temperatura (°C)	Transformação
100 a 200	Evaporação da água livre
180 a 300	Evaporação da água quimicamente combinada devida à decomposição do C-S-H
380 a 550	Desidratação do hidróxido de cálcio: $(\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O})$
600 a 800	Decomposição do C-S-H com formação de belita ( $\beta\text{-C}_2\text{S}$ )
650 a 900	Decomposição do carbonato de cálcio: $(\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2)$

Fonte: adaptado, Alarcon-Ruiz et al., 2005; Georgali e Tsakiridis, 2005; Hager, 2013; Alqassim, et al., 2016 e Almeida, 2017.

O tipo de resfriamento interfere nas propriedades mecânicas residuais do concreto. No resfriamento brusco por imersão em água, há transferência de calor por choque térmico. Já no resfriamento lento do forno, o calor é transferido para o ar por convecção. Esse último seria o menos prejudicial, pois os gradientes térmicos são menores (ALMEIDA, 2017).

Peng e Huang (2008) realizaram ensaios de difração de raios-x em amostras com fator água/cimento 0,38 após um tempo de cura de 90 dias e expostas a temperaturas entre 400 e 800 °C por 8h. Os autores observaram que a intensidade dos picos de hidróxido de cálcio próximo a 34 [°2θ] e de carbonato de cálcio próximos a 25 e 27 [°2θ] reduziu a partir de 500 °C.

Entretanto, a Portlandita se decompôs de forma mais acelerada. A partir de 600 °C, o C-S-H próximo a 29 [°2θ] também começou a se decompor, no entanto mais devagar que o hidróxido de cálcio e o carbonato de cálcio. Os maiores produtos da decomposição do C-S-H foram alita (C<sub>3</sub>S) e belita (C<sub>2</sub>S), ambos próximos a 32 [°2θ].

Handoo, S. Agarwal e S.K. Agarwal (2002) realizaram análises utilizando a técnica de DRX em amostras curadas por 28 dias e expostas a temperaturas entre 100 e 1000 °C por 5h. A portlandita próxima a 21 [°2θ] começou a se desintegrar gradualmente a partir de 400 °C, com decomposição completa em temperaturas superiores a 700 °C, o que resultaria na deterioração total do concreto. O carbonato de cálcio próximo a 34 [°2θ] começou a se desintegrar a partir de 500 °C.

Lim e Mondal (2014) realizaram ensaios de difração de raios-x em pastas com fator água/cimento 0,35, curadas por 27 dias e expostas a temperaturas entre 105 e 1000 °C mantidas por 6h quando chegassem à temperatura do teste. A 500 °C, o pico de C-S-H próximo a 29,35 [°2θ] desapareceu e houve a identificação de pico característico de belita, um subproduto da decomposição do C-S-H. Também nessa temperatura, houve um decréscimo considerável de portlandita, resultando na identificação de picos característicos de CaO próximo a 32 e 37 [°2θ]. Entretanto, o autor acredita que a recristalização da Portlandita durante o período de resfriamento seja responsável por alguns picos característicos de Portlandita identificados no difratograma. O CaCO<sub>3</sub> foi identificado em 29,5 [°2θ] para amostras submetidas à temperatura de 700 °C, esse pico característico não foi identificado no difratograma para amostra submetida a 900 °C.

Kim, Yun e Park (2013) realizaram análises com o auxílio da técnica de DRX em amostras com fator água/cimento 0,5, curadas por 13 dias e expostas a temperaturas entre 100 e 1000 °C durante 15 min. Os resultados indicam que a intensidade dos picos de portlandita próximos a 18 e 34 [°2θ] começa a reduzir a partir de 600 °C com uma queda significativa a partir de 700 °C. CaO surge próximo a 36 [°2θ] nesta mesma temperatura, indicando a decomposição do hidróxido de cálcio.

Wang et al. (2015) realizaram análises de DRX em amostras com fator água/cimento 0,4, curadas por 28 dias e expostas a temperaturas até 1000 °C por um período de 2h. Os autores identificaram um breve decréscimo no pico de β-C<sub>2</sub>S e C<sub>3</sub>S próximo a 32 [°2θ], acompanhado de um breve acréscimo no conteúdo de Ca(OH)<sub>2</sub> próximo a 18, 29, 34, 47 e 51 [°2θ] a 400 °C. Isso implica que a água evaporada nessa temperatura promoveu a hidratação do cimento não hidratado, e como consequência, um aumento de resistência. A 600 °C, o Ca(OH)<sub>2</sub> teve uma

decomposição extensiva, junto com o aumento de  $\beta$ - $C_2S$ . O pico de C-S-H desapareceu completamente. A 800 °C, o  $Ca(OH)_2$  continuou a se decompor, mas não foi notado o pico de CaO. Os autores acreditam que isso aconteceu devido ao resfriamento das amostras.

Lima (2005) realizou análises de DRX em amostras com fator água/cimento 0,23 curadas em câmara úmida por sete dias e em câmara climatizada por mais 21 dias. O autor encontrou que acima de 200 °C, a amostra não apresentou sinal de etringita, que deve ter desidratação completa aos 100 °C. O autor também encontrou que a portlandita próxima a 18, 34, 47 e 51 [ $^{\circ}2\theta$ ] é estável em amostras expostas até 400 °C. A partir de 600 °C ela começa a se transformar em óxido de cálcio, até sua completa extinção aos 900 °C.

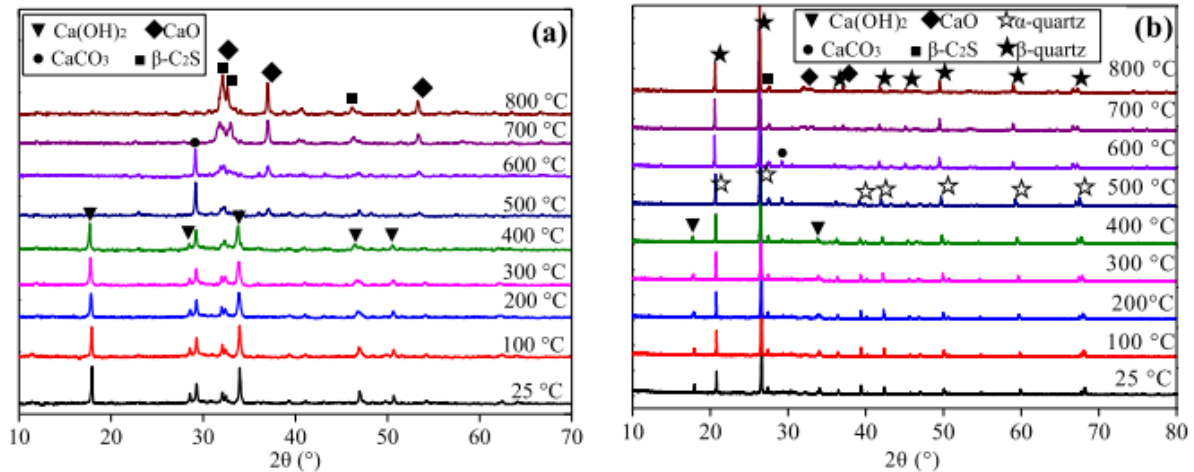
Castellote et al. (2004) realizaram análises de difração de neutros em pastas de cimento com fator água/cimento 0,45 e curadas por 28 dias. A intensidade dos picos de portlandita e calcita foi elevada quando as amostras foram submetidas a 100 °C, devido à evaporação da água livre. Quando a temperatura interna das amostras chegou entre 530 °C e 560°C, houve uma decomposição abrupta da portlandita, sendo transformada em óxido de cálcio. Os autores também notaram que, durante o período de resfriamento, parte do CaO reidrata e forma portlandita, entretanto, a portlandita formada durante o resfriamento é menos cristalina que a original.

Caetano et al. (2019) realizaram análises de TGA em amostras de concreto com fator água/cimento 0,36 e curadas por 270 dias. Os autores determinaram que a perda de massa ocorrida entre 200 °C e 400 °C foi devido à desidratação do C-S-H e a perda de massa ocorrida entre 400 °C e 500 °C foi devido à decomposição da portlandita. Entre 600 °C e 900 °C, houve um pico endotérmico e a maior perda de massa, devido à descarbonização do  $CaCO_3$  e formação de  $C_2S$ .

Gao, Yang e Li (2018) realizaram análises de DRX in situ em pastas de cimento e argamassas com fator água/cimento 0,45 e curadas por 2 meses a 20 °C. O aquecimento das amostras foi de 10 °C/min. A composição das pastas de cimento endurecidas não apresentou mudanças até a temperatura de 400 °C. Entretanto, quando elevadas até a temperatura de 500 °C, os picos de difração de portlandita (18, 29, 34, 47 e 51 [ $^{\circ}2\theta$ ]) desapareceram devido à decomposição em CaO (32 e 36 [ $^{\circ}2\theta$ ]). Para temperaturas superiores a 700 °C, o pico de  $CaCO_3$  (29 [ $^{\circ}2\theta$ ]) desapareceu e houve aumento na intensidade dos picos de CaO e  $\beta - C_2S$  (32 [ $^{\circ}2\theta$ ]), indicando que o carbonato de cálcio se decompõe em óxido de cálcio e belita nessa temperatura. Com exceção do quartzo, a composição das argamassas expostas a altas temperaturas foi semelhante àquela das pastas de cimento endurecidas. A forma cristalina do quartzo transforma-

se durante o aquecimento em 600 °C, porém, essa transformação não pode ser observada em técnica de DRX tradicional, já que o  $\beta$ -quartzo se transforma de novo em  $\alpha$ -quartzo durante o resfriamento.

Figura 2 - Difratoograma de raios-x da pasta de cimento (a) e da argamassa (b) aos 2 meses.



Fonte: Gao, Yang e Li, (2018).

Heikal et al. (2013) realizaram análises de DRX em pastas de cimento com fator água/cimento 0,27 curadas por 28 dias. As amostras aquecidas até 600 °C apresentaram uma queda na intensidade do pico de C-S-H (29 [°2θ]), enquanto que a intensidade dos picos dos silicatos de cálcio (32 e 41 [°2θ]), obteve um aumento até 800 °C. A intensidade dos picos de portlandita (18, 29, 34 e 47[°2θ]), decrescem com o aumento da temperatura. A presença de portlandita na amostra aquecida até 800 °C é explicada pela possível reidratação do CaO produzido a partir da decomposição da portlandita e CaCO<sub>3</sub>.

Liu et al. (2018) realizaram análises de TGA e DTG em pastas de cimento com fator água/cimento 0,55 curadas por 28 dias. Os autores encontraram que houve perda acelerada de massa em três pontos. A primeira, para temperaturas até 200 °C, correspondente à evaporação da água livre, desidratação do C-S-H. A segunda, entre 400 e 470 °C, correspondente a decomposição da portlandita. E a última, entre 650 e 800 °C, correspondente a decomposição da calcita.

De acordo com Handoo, S. Agarwal e S.K. Agarwal (2002), Castellote et al. (2004), Gao, Yang e Li (2018), Peng e Huang (2018) e Caetano et al. (2019) espera-se que o conteúdo de hidróxido de cálcio reduza-se em amostras submetidas a temperaturas superiores a 400 °C. Os autores encontraram picos de portlandita em diversos ângulos, sendo os mais comuns 18,

34, 47 e 51 [ $^{\circ}2\theta$ ]. Também, segundo Lim e Mondal (2014) e Peng e Huang (2008), espera-se que, nas amostras elevadas a temperaturas superiores a 600  $^{\circ}\text{C}$ , haja um aumento na intensidade dos picos de alita e belita devido à decomposição de C-S-H. Nas amostras submetidas a 900  $^{\circ}\text{C}$ , não se espera encontrar  $\text{CaCO}_3$ , visto que já sofreu decomposição (LIM e MONDAL, 2014).

### 2.3 ESTUDO DE CONCRETOS CONTENDO CINZA DE CASCA DE ARROZ (CCA)

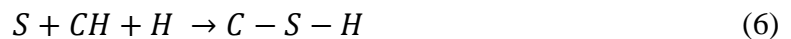
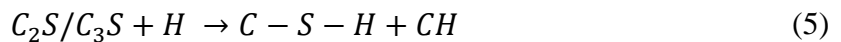
A casca de arroz é obtida a partir do beneficiamento dos grãos de arroz (TRINIDADE, 2012). Com a queima controlada da casca de arroz é possível obter um material com propriedades pozolânicas (MAJIDI, 2011). Se a casca de arroz for queimada entre 600 e 700  $^{\circ}\text{C}$  por 2 horas, os percentuais de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) amorfo podem estar entre 90 e 95%. No entanto, quando há combustão não controlada e acima dessas temperaturas, a CCA poderá haver um grau de cristalinidade representativo, apresentando cristobalita e tridimita que são minerais de silicato não reativos (SENSALE, 2010; SINGH, 2018; ISAIA et al., 2017). A concentração de sílica é alta na face externa da casca, baixa na face interna da casca e praticamente inexistente dentro da casca (JAUBERTHIE et al., 2000). Ikpong e Okpala (1992) compararam a composição química da casca de arroz antes e depois da queima. Os resultados são apresentados na Tabela 3. Pode-se observar um aumento de mais de cinco vezes em sílica após a queima da casca de arroz.

Tabela 3 - Composição química da casca de arroz e cinza de casca de arroz (CCA).

Composição química	Casca de arroz (%)	Cinza de casca de arroz (%)
$\text{SiO}_2$	15,30	82,13
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,56	4,27
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,07	0,38
$\text{Na}_2\text{O}$	0,082	0,14
$\text{K}_2\text{O}$	0,18	1,23
$\text{CaO}$	0,018	0,16
$\text{MgO}$	0,37	1,65
$\text{P}_2\text{O}_5$	0,30	1,44
Perda ao fogo	83,12	8,60
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

Fonte: Adaptado, Ikpong e Okpala (1992)

A reação de hidratação do cimento Portland envolve a hidratação de seus silicatos de cálcio ( $C_3S$  e  $C_2S$ ), e reações de hidratação dos aluminatos, assim como a formação de compostos de hidróxido de cálcio (CH). Na presença de água, a portlandita proveniente da hidratação do cimento reage com a sílica amorfa presente na CCA para formar silicato de cálcio hidratado (C-S-H) (SINGH, 2018). Segundo Yu et al. (1999), uma das principais razões que concretos com adições de CCA possuem melhores propriedades é atribuída a formação complementar de gel de C-S-H e menor quantidade de portlandita, devido às reações pozolânicas. Além disso, a adição de CCA como substituição parcial de cimento pode provocar o efeito microfiller, reduzindo o tamanho dos poros e da porosidade do concreto (CORDEIRO, 2009). A reação de hidratação do cimento está descrita na equação 5 e a reação pozolânica na equação 6 (MEHTA e MONTEIRO, 2014).



Rêgo et al. (2015) realizaram análise de DRX em pastas de cimento Portland com substituição de 20% por CCA e com fator a/agl igual a 0,5. Os autores encontraram que a intensidade dos picos de Portlandita a  $18 [^\circ 2\theta]$  decresceu conforme o aumento da idade de hidratação, indicando reação pozolânica entre o  $Ca(OH)_2$  e a sílica amorfa presente na cinza de casca de arroz. Não houve redução na intensidade do pico de cristobalita a  $22 [^\circ 2\theta]$  com acréscimo no tempo de hidratação, indicando que a sílica cristalina não reagiu durante a hidratação da pasta.

Zhang, Lastra e Malhotra (1996), realizaram testes em pastas e concretos de cimento Portland contendo 10% de CCA e um fator a/agl igual a 0,30. Segundo os autores, devido às reações pozolânicas, pastas de cimento contendo CCA apresentaram menor quantidade de portlandita que as pastas referência (sem adições de CCA). Os autores também identificaram que a incorporação de CCA em concreto reduziu a sua porosidade. No entanto, não houve aumento de resistência à compressão nas pastas contendo CCA quando comparadas às pastas de referência. Os autores concluíram que o aumento de resistência à compressão das amostras de concreto se deu devido ao decréscimo da porosidade.

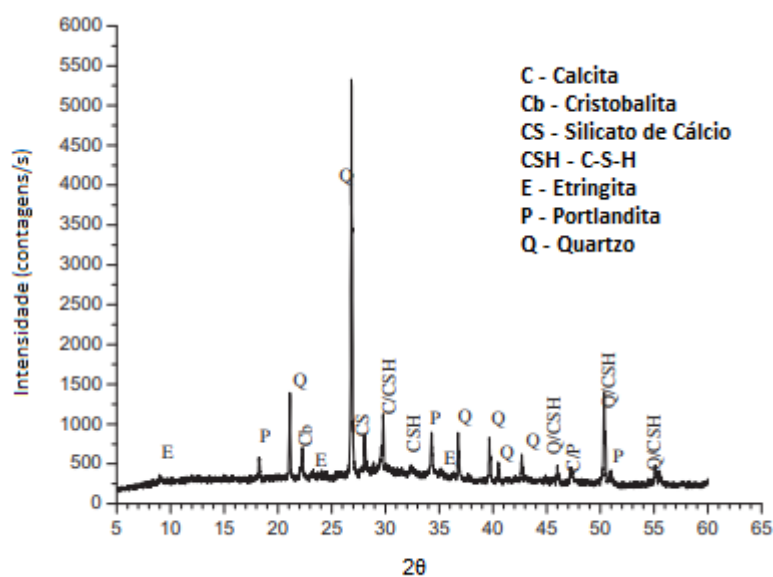
Sensale (2006) realizou ensaios de resistência à compressão em concretos com CCA residual produzida no Uruguai sem controle e com CCA produzida por incineração controlada

nos Estados Unidos. Duas porcentagens de substituição do cimento pela CCA foram utilizadas, 10% e 20%, assim como três relações a/agl, 0,50, 0,40 e 0,32. Os ensaios foram realizados a 7, 28 e 91 dias. O autor concluiu que concretos com CCA residual proveem efeitos positivos na resistência à compressão, mas em longo prazo, o comportamento de concretos com CCA produzidas com incineração controlada foi mais significativa. Kang, Hong e Moon (2019), que realizaram ensaios de resistência à compressão em concretos de alta performance, corroboram o aumento de resistência em concretos com CCA, especialmente em longo prazo.

Sensale e Viacava (2018) realizaram análises de DRX de amostras de pasta de cimento Portland com substituição do cimento por CCA, variando entre 5% e 30% e filler calcário, mantido sempre a 5%. A relação a/agl foi de 0,47 e as amostras foram curadas por 28 dias. Os autores encontraram que a intensidade dos picos de portlandita (próximos a 18, 34, 47, 51 e 54 [°2θ]) decresceu com o aumento da substituição do cimento por CCA, indicando a ocorrência de reação pozolânica, que tem como consequência o aumento de C-S-H (30 [°2θ]).

Siddique et al. (2016) realizaram análises de difração de raios-x em amostras de concreto curadas por 28 dias, contendo 10% de CCA como substituição parcial do cimento Portland e com relação a/agl igual a 0,5. O difratograma da amostra de cimento se encontra na figura 3. Os autores comentam que os restos de agregado e a areia são responsáveis pelos picos de quartzo (Q) e cristobalita (Cb).

Figura 3 - Difratograma de raios-x de concreto com 10% de CCA aos 28 dias e em temperatura ambiente.

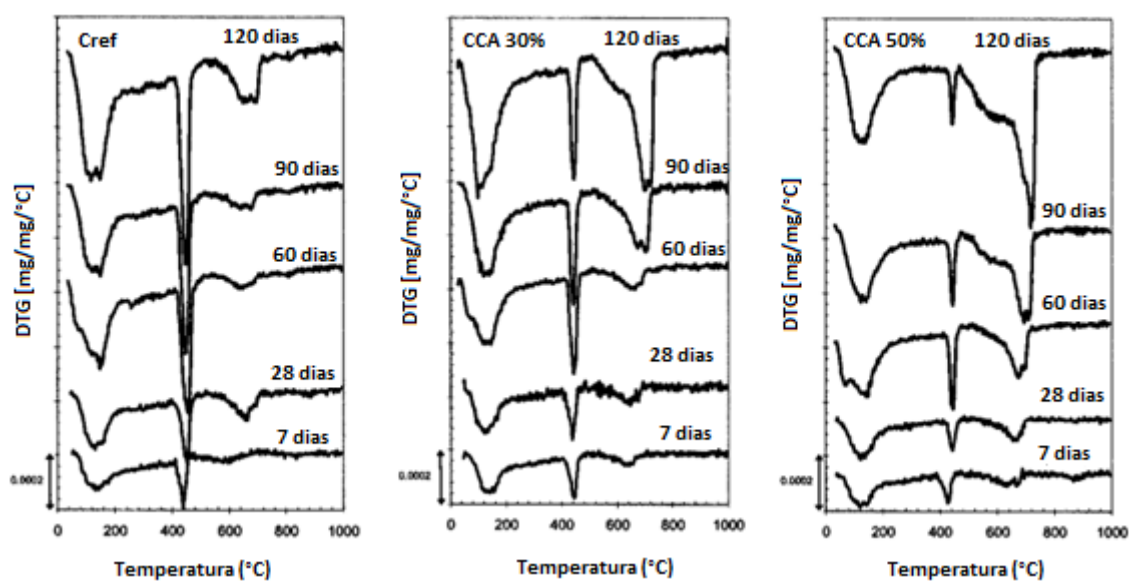


Fonte: Adaptado, Siddique et al., (2016).

Ainda, é importante estudar o comportamento de concretos contendo CCA expostos a altas temperaturas. Para Almeida (2007), a incorporação de CCA na mistura de concreto de cimento Portland reduz a porosidade do concreto, influenciando no desempenho em altas temperaturas.

Cizer et al. (2006) realizaram análise térmica, através da primeira derivada da termogravimetria (DTG) em argamassas contendo 30% e 50% de CCA e com fator a/agl igual a 0,6 e 0,65 respectivamente. As amostras foram curadas entre 7 e 120 dias. A primeira perda de massa ocorreu entre 100 °C e 200 °C e foi atribuída a desidratação do C-S-H. A perda de massa próxima a 450 °C foi devida à decomposição da portlandita e a perda de massa entre 500 °C e 800 °C foi devido à decomposição das fases carbonatadas. Os autores notaram que a substituição parcial de cimento por CCA gerou um decréscimo na quantidade de hidróxido de cálcio e acréscimo nas fases carbonatadas. A figura 4 mostra o resultado da DTG.

Figura 4 - DTG de argamassas de cimento Portland referência (a), com 30% de substituição de CCA (b) e com 50% de substituição de CCA.



Fonte: Cizer et al., (2006).

Almeida (2017) realizou análises de DRX em pastas de cimento contendo 15% de CCA amorfa, em substituição ao cimento Portland. As amostras foram curadas por 27 dias em câmara úmida e acondicionadas durante oito meses em laboratório com temperatura e umidade controlada. Quando submetidas a temperaturas até 600 °C, permaneceram no forno por 30 minutos. O autor encontrou que apesar dos picos de portlandita serem inferiores quando



comparados aos picos da pasta convencional, devido ao consumo de  $\text{Ca(OH)}_2$ , eles ainda eram representativos. A 200 °C, houve aumento da intensidade dos picos de portlandita e calcita, indicando a hidratação tardia dos silicatos de cálcio. A 400 °C, houve a redução no pico de portlandita, sua redução quase total se deu a 600 °C. O autor também realizou ensaios de DTG, e observou a redução do pico de perda de massa da portlandita na região compreendida entre 400 e 500 °C quando comparado ao concreto convencional, sugerindo a reação pozolânica com formação de C-S-H secundário. Na amostra submetida a 200 °C, o pico da curva DTG correspondente à desidroxilação da portlandita foi maior do que o observado na temperatura ambiente, indicando que ocorreu recristalização da portlandita e hidratação tardia. O autor também realizou ensaio de resistência à compressão, e nos concretos com adição de CCA e expostos a 200°C houve redução significativa na resistência, em comparação à temperatura ambiente, devido à evaporação da água livre contida nos poros capilares. As amostras expostas a 600 °C, apresentaram a queda mais significativa de resistência residual.

Padilha (2019) realizou ensaios de resistência à compressão em concretos com substituição do cimento por 20% de CCA sem controle de queima, curados por pelo menos 62 dias e expostos a temperaturas de até 600 °C, quando chegassem à temperatura do ensaio, permaneciam no forno por 2h. À temperatura ambiente, os concretos com CCA e de traço referência apresentaram resistência semelhante. Entretanto, quando expostos a temperaturas elevadas o traço com CCA alcançou menor resistência.

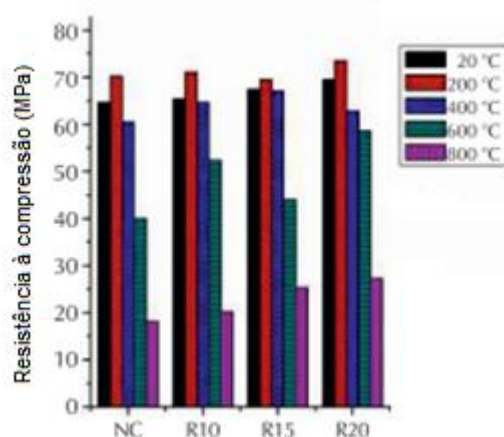
Majidi (2011) estudou o efeito da exposição de concretos com CCA a temperaturas elevadas. As amostras tinham até 30% do cimento substituído por CCA e foram curadas por 28 dias e expostas a temperaturas até 800 °C. À temperatura ambiente, todas as amostras apresentaram resistência à compressão superior que o traço referência, sem CCA. Quando elevadas à temperatura de 200 °C, a resistência de todos os traços aumentou, possivelmente devido à hidratação do cimento não hidratado. O autor ainda cita a reação pozolânica como uma possível causa do aumento de resistência. À 400 °C todas as resistências aumentaram, com exceção da amostra com 30% de substituição de CCA que teve uma pequena decaída. Em temperaturas superiores, todas as amostras tiveram sua resistência à compressão reduzida. A amostra com 30% de substituição de CCA foi a que alcançou maior resistência a 800 °C.

W.H Wang, Meng e D.Z. Wang (2017) estudaram o efeito da CCA nas propriedades mecânicas e microestruturais de concretos submetidos a altas temperaturas. Os autores utilizaram amostras com relação a/agl igual a 0,3 e a substituição parcial de cimento Portland por CCA foi de 10%, 15% e 20%. As amostras foram curadas por 56 dias e foram elevadas a 5

temperaturas distintas (temperatura ambiente, 200 °C, 400 °C, 600 °C e 800 °C) a uma taxa de 10 °C por minuto. Os corpos de prova foram mantidos na temperatura estudada por 2h e após, a porta do forno foi aberta por 24h, para que o resfriamento fosse lento.

Os autores verificaram que os concretos com CCA atingiram resistência um pouco maior do que os concretos sem a substituição do cimento Portland em temperatura ambiente. Quando elevados a 200 °C, todas as amostras apresentaram aumento de resistência causado pela hidratação do cimento, formando gel de C-S-H. A partir de 400 °C as amostras começaram a ter sua resistência reduzida. A mudança na resistência dos corpos de prova submetidos às diferentes temperaturas é encontrada na figura 5.

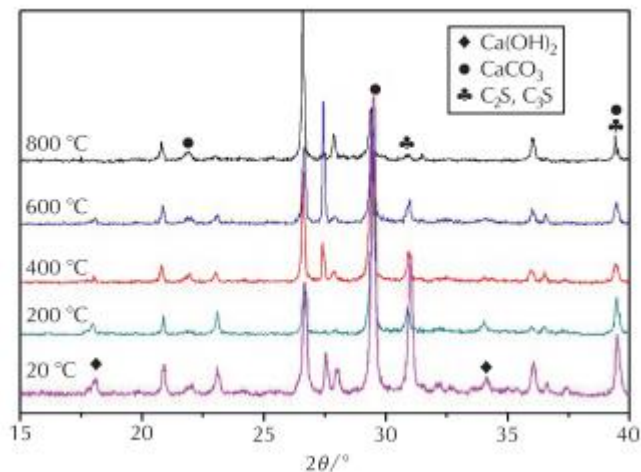
Figura 5 - Resistência à compressão do concreto normal (NC) e dos concretos com diferentes substituições de cimento Portland por CCA (R10, R15, R20) submetidos a diferentes temperaturas.



Fonte: W.H Wang, Meng e D.Z. Wang (2017).

Os autores também realizaram análises de difratometria de raios-x na amostra com substituição de 20% de cimento Portland por CCA. A intensidade dos picos de hidróxido de cálcio decresceu até 400 °C, já não podendo ser encontrado em 600 °C. O carbonato de cálcio decresceu representativamente em 800 °C. O difratograma de raios-x pode ser encontrado na figura 6.

Figura 6 - Difratoograma de raios-x de concretos com 20% de CCA aos 56 dias após serem submetidos a diferentes temperaturas por 2h.



Fonte: W.H Wang, Meng e D.Z. Wang (2017).

De acordo com Khoury (1992) e Neville (2016), ainda pode haver fissuração após o resfriamento do concreto, causada pela reidratação do CaO formado pela desidratação do  $\text{Ca(OH)}_2$  durante o aquecimento. Essa reação é expansiva e pode causar desagregação. Assim, o uso de materiais pozolânicos seria benéfico, já que eles removem o hidróxido de cálcio.

De acordo com Khoury (1992), Zhang, Lastra e Malhotra (1996), Neville (2016), Sensale e Viacava (2018), em temperatura ambiente, a incorporação de CCA em concretos é benéfica, porque além de aumentar a resistência do concreto, especialmente a longo prazo, reduz a quantidade de portlandita, auxiliando na redução da reação de reidratação do CaO formado pela desidratação do  $\text{Ca(OH)}_2$ , que é expansiva e pode causar desagregação. Já quando submetidos a 200 °C, os concretos podem apresentar aumento de resistência junto com o aumento do conteúdo de portlandita, indicando hidratação do cimento não hidratado e presença de reações pozolânicas (MAJIDI, 2011; ALMEIDA, 2017; W.H WANG, MENG e D.Z. WANG, 2017).

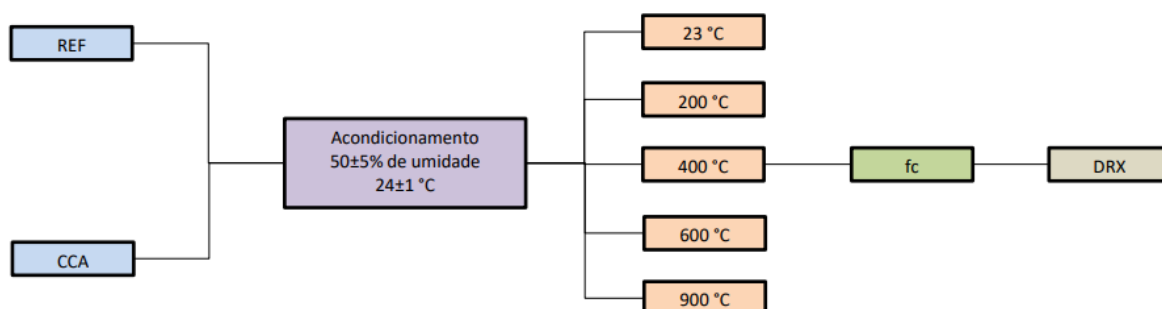
### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

A preparação e o acondicionamento das amostras foram realizados no Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC), as análises de difração de raios X foram realizadas no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM), utilizando equipamento XRD Bruker D8 Advance, ambos na Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), na cidade de Santa Maria – RS.

As amostras utilizadas foram as mesmas usadas por Kramer (2020), que realizou ensaios de resistência à compressão, módulo de elasticidade e perda de massa. O autor usou cimento Portland CPV-ARI, de alta resistência inicial e baseou-se nos traços preliminares da pesquisa de Silva (2019): concreto referência (REF) e concreto com 25% de substituição, em massa, de cimento Portland por cinza de casca de arroz (CCA). Todos os traços utilizaram a mesma relação a/agl de 0,45. As amostras foram mantidas por 7 dias em cura submersa e acondicionados em câmara climatizada, mantendo a umidade em  $50\pm 5\%$  e temperatura em  $24\pm 1$  °C, até que atingissem a idade de 91 dias. Após, os corpos de prova foram aquecidos a uma taxa de 1 °C/min até chegarem nos patamares de temperatura a serem estudados: 200 °C, 400 °C, 600 °C e 900 °C, permanecendo no forno por 1h, de acordo com RILEM TC 129-MHT (RILEM Technical Committee, 2004). Depois do ensaio de resistência à compressão ser realizado, as amostras foram cominuídas, com pilão e almofariz, até que passassem na peneira 75 µm (nº 200), submetidas à acetona (P.A.) e dessecador, assim como Vargas (2006), para evitar a reidratação do concreto. Por fim, as amostras foram levadas ao LMMM para realização de análises com o auxílio da difratometria de raio-x (DRX).

O fluxograma geral de atividades desenvolvidas durante o programa experimental se encontra na figura 7.

Figura 7 - Fluxograma do programa experimental utilizando concreto referência e concreto com 25% de substituição de cimento por CCA elevados a diferentes temperaturas.



Fonte: Autor, (2020).

### 3.1 MATERIAIS

#### 3.1.1 Aglomerantes

O cimento utilizado foi o Portland CPV-ARI, de alta resistência inicial. De acordo com a NBR 16697 – Cimento Portland – Requisitos (ABNT, 2018), este é o cimento encontrado no mercado regional com o menor teor de filler e não possui adição de materiais pozzolânicos.

A cinza de casca de arroz (CCA) utilizada foi proveniente do processo de combustão com queima sem controle para secagem e/ou parabolização do arroz de uma indústria da cidade de Santa Maria – RS. A CCA foi moída em moinho de bolas por 1h no Laboratório de Materiais e Construção Civil (LMCC), da UFSM.

Silva (2019) realizou os seguintes ensaios de caracterização dos aglomerantes:

- Massa específica (NBR 16605, 2017);
- Finura por peneiramento (NBR 11579, 2012);
- Composição química (ABCP, LAPAM);
- Difração de raios-x (ABCP, LAPAM);
- Determinação da pasta de consistência normal (NBR 16606, 2018);
- Determinação do início e fim de pega pelo aparelho de Vicat (NBR 16607, 2018);
- Resistência à compressão axial com argamassa normal a 3, 7 e 28 dias (NBR 7215, 2019);
- Superfície específica BET (LAPAM, LACER);
- Índice de desempenho da CCA com cimento Portland (IAP) (NBR 5752, 2014).

Os resultados da caracterização dos aglomerantes são apresentados a seguir:

##### 3.1.1.1 Cimento

A tabela 4 apresenta a composição química do cimento CPV-ARI:

Tabela 4 -Composição química do cimento CPV-ARI.

Composição química	Teor (% em massa)
--------------------	-------------------

Óxido de Cálcio (CaO)	60,18
Dióxido de Silício (SiO <sub>2</sub> )	19,89
Óxido de Alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	4,87
Óxido de Ferro (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	2,83
Anidrido Sulfúrico (SO <sub>3</sub> )	3,45
Óxido de Magnésio (MgO)	3,40
Óxido de Potássio (K <sub>2</sub> O)	1,04
Óxido de Titânio (TiO <sub>2</sub> )	0,30
Óxido de Estrôncio (SrO)	0,22
Anidrido Fosfórico (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	0,16
Óxido de Manganês (MnO)	0,04
Óxido de Sódio (Na <sub>2</sub> O)	-
Perda ao Fogo (PF)	3,98

Fonte: Silva (2019), adaptado Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP) (2018).

A tabela 5 apresenta as características físicas do cimento CPV-ARI.

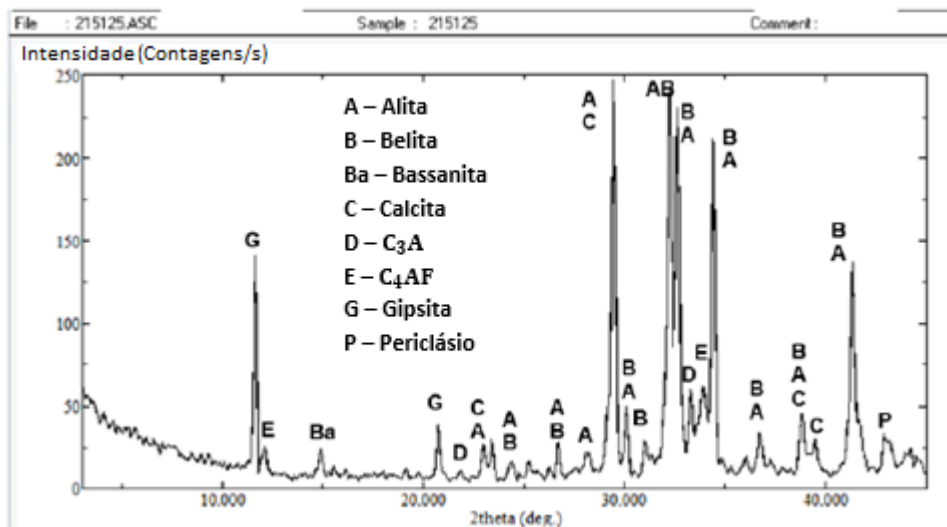
Tabela 5 - Características físicas do cimento CPV-ARI. (continua)

Características físicas	CPV-ARI	
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	3,03	
Superfície específica BET (m <sup>2</sup> /g)	1,71	
Material retido na # 75 µm (%)	0,54	
Tamanho médio dos grãos (µm)	9,11	
Início de pega (h)	3h:25min	
Fim de pega (h)	4h:15min	
Consistência normal (%)	30,4	
Resistência à compressão (Mpa)	3 dias	36,7 MPa
	7 dias	46,8 MPa
	28 dias	53,3 MPa

Fonte: Silva (2019), adaptado Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP) (2018)

A figura 8 apresenta o difratograma do cimento CPV-ARI.

Figura 8 - Difratoograma do cimento CPV-ARI



Fonte: Silva (2019), adaptado Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP) (2018)

### 3.1.1.2 Cinza de casca de arroz

A tabela 6 apresenta a composição química da cinza de casca de arroz. A CCA atendeu as especificações contidas na NBR 12653 – Materiais Pozolânicos - Requisitos (ABNT, 2014).

Tabela 6 - Composição química da CCA.

Composição química	Teor (% em massa)
Óxido de Cálcio (CaO)	2,19
Dióxido de Silício (SiO <sub>2</sub> )	87,72
Óxido de Alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,46
Óxido de Ferro (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,41
Anidrido Sulfúrico (SO <sub>3</sub> )	0,01
Óxido de Magnésio (MgO)	0,53
Óxido de Potássio (K <sub>2</sub> O)	1,60
Óxido de Titânio (TiO <sub>2</sub> )	-
Óxido de Estrôncio (SrO)	-
Anidrido Fosfórico (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	-
Óxido de Manganês (MnO)	-
Óxido de Sódio (Na <sub>2</sub> O)	0,04
Perda ao Fogo (PF)	4,96

Fonte: Silva (2019), adaptado Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP) (2018).

A tabela 7 apresenta as características físicas da cinza de casca de arroz. Devido à sua superfície específica elevada, pode-se inferir que sua estrutura interna é porosa e com presença de múltiplos vazios. Assim, houve necessidade de adicionar aditivo superplastificante para manter a mesma relação a/agl, quando CCA foi adicionada como substituição do cimento.

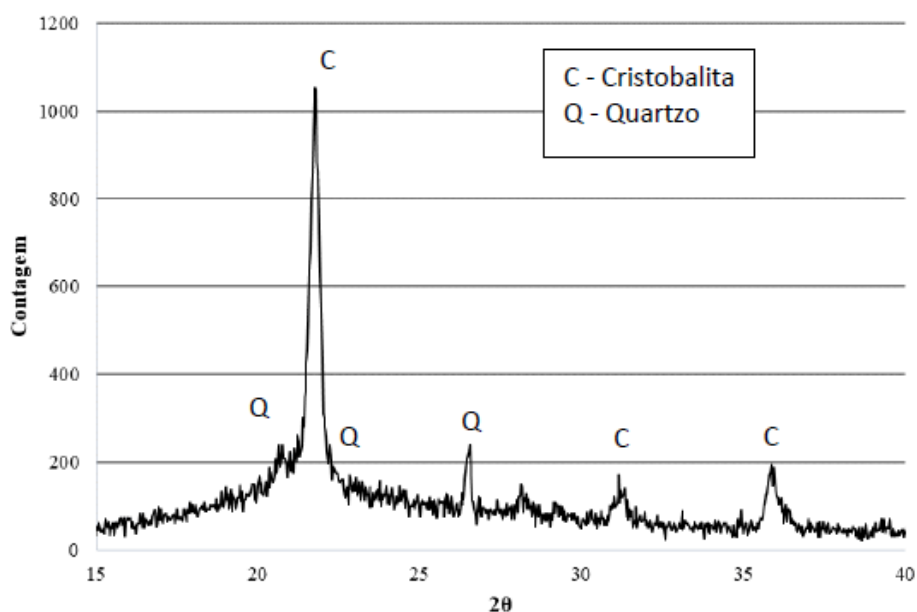
Tabela 7 - Características físicas da CCA.

<b>Características físicas</b>	<b>CCA</b>
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	2,07
Superfície específica BET (m <sup>2</sup> /g)	21,38
Material retido na # 75 µm (%)	0,18
Tamanho médio dos grãos (µm)	11,95
Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias (ID) (%)	95,77

Fonte: Silva (2019), adaptado superfície específica BET (LAPAM), tamanho médio dos grãos (ABCP) (2018).

A figura 9 apresenta o difratograma da cinza de casca de arroz. Ele apresenta poucos picos cristalinos de cristobalita e o óxido predominante é o de silício, pode-se concluir que a CCA é predominantemente amorfa e que a queima foi realizada sem o controle de temperatura.

Figura 9 - Difratograma da CCA



Fonte: Silva (2019), adaptado Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP) (2018).



### 3.1.2 Agregados

Como agregado miúdo, foi utilizada areia média ( $D_{\max} \leq 2,4$  mm) oriunda das jazidas do Arenal em Santa Maria – RS. O agregado graúdo utilizado foi rocha britada de origem diabásica e foi fornecido pela pedreira Brita Pinhal, localizada na cidade de Itaara – RS. O agregado graúdo foi classificado como brita 0 ( $D_{\max} \leq 12,5$  mm). Ambos agregados atenderam os requisitos estabelecidos pela norma brasileira NBR 7211 - Agregados para concreto - Especificação (ABNT, 2009).

Os seguintes ensaios foram feitos para a caracterização dos agregados:

- a) Composição granulométrica (ABNT NBR NM 248, 2003);
- b) Determinação da massa específica e da massa aparente do agregado miúdo (ABNT NBR NM 52, 2009);
- c) Determinação da massa específica e massa aparente do agregado graúdo (ABNT NBR NM 53, 2009);
- d) Determinação da massa unitária e volume de vazios dos agregados (ABNT NBR NM 45, 2006);
- e) Abrasão Los Angeles do agregado graúdo (ABNT NBR NM 51, 2001);
- f) Absorção de água do agregado miúdo (ABNT NBR NM 30, 2001);
- g) Absorção de água do agregado graúdo (ABNT NBR NM 53, 2009);
- h) Índice de forma do agregado graúdo (ABNT NBR 7809, 2019).

A tabela 8 apresenta as características físicas dos agregados miúdo e graúdo. Em relação ao agregado graúdo, a brita utilizada respeita os parâmetros estabelecidos por norma, já que o índice de forma não deve ser superior a 3, e o índice de desgaste por abrasão “Los Angeles” deve ser inferior a 50% em massa do material.

Tabela 8 - Características físicas dos agregados miúdo e graúdo.

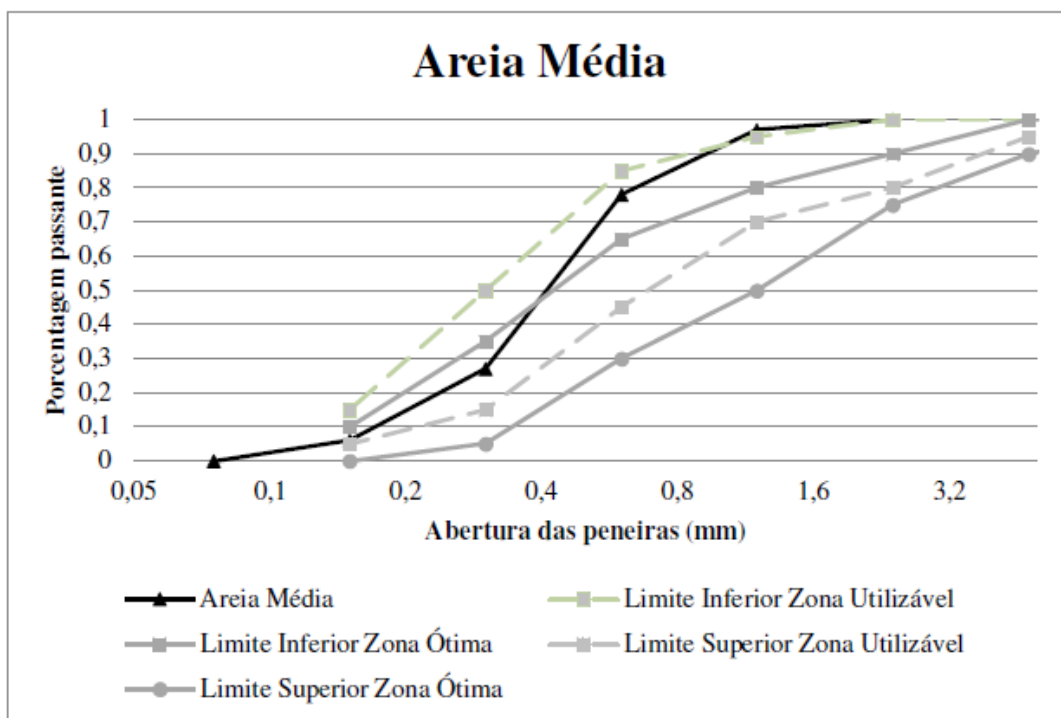
Propriedades	Areia média	Brita 0
Módulo de finura	1,92	3,23
Diâmetro máximo característico (mm)	1,20	9,50
Massa específica ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2,62	2,46

Massa unitária (g/cm <sup>3</sup> )	1,65	1,22
Volume de vazios (%)	36,77	50,40
Perda de massa por abrasão Los Angeles (%)	-	11,07
Índice de forma	-	2,09
Absorção de água (%)	0,33	3,17

Fonte: Adaptado, Silva (2019).

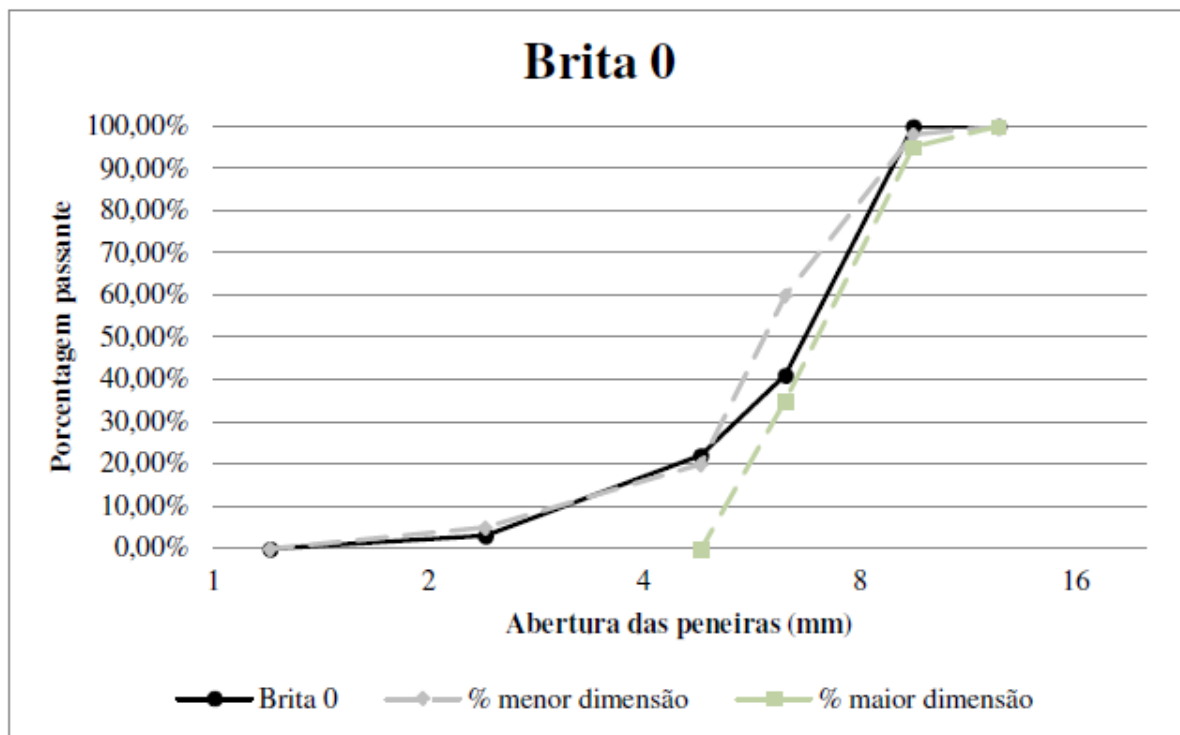
As curvas granulométricas dos agregados miúdo e graúdo se encontram respectivamente nas figuras 10 e 11. A distribuição do agregado miúdo está dentro dos limites da norma ABNT NBR 7211:2009.

Figura 10 - Curva granulométrica do agregado miúdo



Fonte: Kramer (2020), adaptado Silva (2019).

Figura 11 - Curva granulométrica do agregado graúdo



Fonte: Kramer (2020), adaptado Silva (2019).

### 3.1.3 Aditivo

Foi utilizado o superplastificante a base de policarboxilato, da marca *TecFlow 8000®*, produzido pela empresa *Grace Construction Products®*.

### 3.1.4 Água

A água utilizada foi potável, disponibilizada pela rede de abastecimento do campus da UFSM.

## 3.2 ETAPAS DA PESQUISA

### 3.2.1 Traços utilizados

Kramer (2020) utilizou os mesmos traços de referência e de incorporação de CCA em substituição ao cimento que Silva (2019) utilizou na etapa preliminar de sua pesquisa, porque os resultados foram satisfatórios, obtendo resistência à compressão axial superior a 40 MPa.

Além disso, havia disponibilidade dos materiais utilizados por Silva (2019). Todos os traços mantiveram a mesma relação a/agl de 0,45.

Para verificar a trabalhabilidade e quantidade de aditivo superplastificante necessária, os traços foram previamente testados. Os resultados dos traços unitários se encontram na tabela 9 e o consumo de materiais na tabela 10.

Tabela 9 - Traços unitários em relação à massa de cimento + CCA.

Traços	Cimento	CCA	Areia Média	Brita 0	Água	Superplastificante
REF	1	0	1,893	2,291	0,45	0,175%
CCA	0,75	0,25	1,893	2,291	0,45	0,225%

Fonte: Kramer (2020), Adaptado Silva (2019)

Tabela 10 - Consumo de materiais.

(continua)

Traços	Cimento (kg/m <sup>3</sup> )	CCA (kg/m <sup>3</sup> )	Areia Média (kg/m <sup>3</sup> )	Brita 0 (kg/m <sup>3</sup> )	Água (kg/m <sup>3</sup> )	Superplastificante (kg/m <sup>3</sup> )
REF	504,40	0	954,93	1155,71	227,22	0,883
CCA	378,05	126,35	954,93	1151,71	227,22	1,134

Fonte: Kramer (2020), Adaptado Silva (2019)

### 3.2.2 Preparação, moldagem e cura dos corpos de prova.

O concreto foi misturado com a utilização de uma betoneira de eixo inclinado. Os materiais foram colocados na betoneira na seguinte ordem: agregado graúdo, metade da água, aglomerante, agregado miúdo e, por último, o restante da água. O teste de abatimento de tronco de cone, realizado conforme a NBR NM 67: Concreto - Determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone (ABNT,1998), foi utilizado para determinação da consistência do concreto. Em todos os traços foi necessária a utilização de aditivo superplastificante para atingir o abatimento de 100±10 mm.

Para cada um dos 4 traços e 5 patamares de temperatura, foram moldados 4 corpos de prova cilíndricos de 100 mm x 200 mm. Dessa forma, cada traço foi replicado 20 vezes, totalizando 80 corpos de prova. O concreto foi adensado nos moldes em duas camadas, em mesa vibratória.

A cura dos corpos de prova foi realizada conforme as recomendações da recomendação técnica europeia RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures (RILEM Technical Committee, 2004). Primeiro, os corpos de prova foram mantidos por 24 horas nos moldes e cobertos por plástico para não perderem a umidade. Após este período, foram retirados dos moldes e submersos em tanque com água e cal para a realização da cura durante 7 dias. Então, os corpos foram secos e acondicionados em ambiente controlado, em câmara climática automatizada da marca Caron®, para a estabilidade da umidade interna dos corpos de prova, até a idade de realização dos ensaios. A umidade e temperatura na câmara controlada foram, respectivamente,  $50\pm 5\%$  e  $24\pm 1^\circ\text{C}$ . A idade para a realização dos ensaios foi de 91 dias, pois a resistência mecânica de concretos com adição de pozolanas se mostra estável após 90 dias, podendo as reações químicas interferirem na resistência à compressão antes disso (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

### **3.2.3 Exposição às altas temperaturas**

Aos 91 dias, os corpos de prova foram expostos a quatro patamares de temperatura, além da temperatura ambiente:  $200^\circ\text{C}$ ,  $400^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  e  $900^\circ\text{C}$ , comumente utilizadas na literatura.

O ensaio foi realizado em forno elétrico industrial, modelo Sanchis (Figura 12), sem aplicação de carga simultânea. Os parâmetros de aquecimento seguiram as recomendações da norma europeia RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures (RILEM Technical Committee, 2004). A taxa de aquecimento foi de  $1^\circ\text{C}/\text{min}$ , para corpos de prova com diâmetro de 100 mm. Além disso, ao atingir-se o patamar de temperatura de ensaio, a norma informa que se deve manter a temperatura por 60 minutos para uniformizar a temperatura por todo o corpo de prova. A temperatura foi controlada por termopares e o registro das temperaturas foi através de um módulo de registro (*field logger*) da marca Novus®.

Figura 12 - Forno industrial Sanchis



Fonte: Sanchis Fornos Industriais, Disponível em: <http://www.sanchis.com.br/index.php/produtos/mufla-37> .  
Acesso em: 20 nov. 2019.

Para evitar danos internos no forno devido ao spalling, que ocorre quando o concreto é aquecido, utilizou-se uma caixa protetora de metal. Após o fim do ensaio, a porta do forno foi entreaberta, cerca de 2 cm, para que o resfriamento fosse lento e não houvesse choque térmico.

### **3.2.4 Ensaios realizados**

#### *3.2.4.1 Difração de raios X*

Para as análises de difração de raios X, as amostras de concreto foram cominuídas até que passassem na peneira 75  $\mu\text{m}$  (nº 200). O ensaio foi realizado utilizando o equipamento XRD Bruker D8 ADVANCE, no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM). Os parâmetros utilizados foram os seguintes: Scanspeed: 0,5, incremento: 0,02 e slit 0,6.

## 4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo, são apresentados os resultados obtidos a partir da técnica de difração de raios X nas amostras expostas tanto em temperatura ambiente, como submetidas a altas temperaturas.

### 4.1 RESULTADOS NA TEMPERATURA AMBIENTE

Na tabela 11, encontra-se o resultado das resistências médias à compressão axial em MPa e o desvio padrão de 4 corpos de prova de concreto das amostras referência e da amostra com 25% de substituição de cimento Portland por CCA obtidas por Kramer (2020).

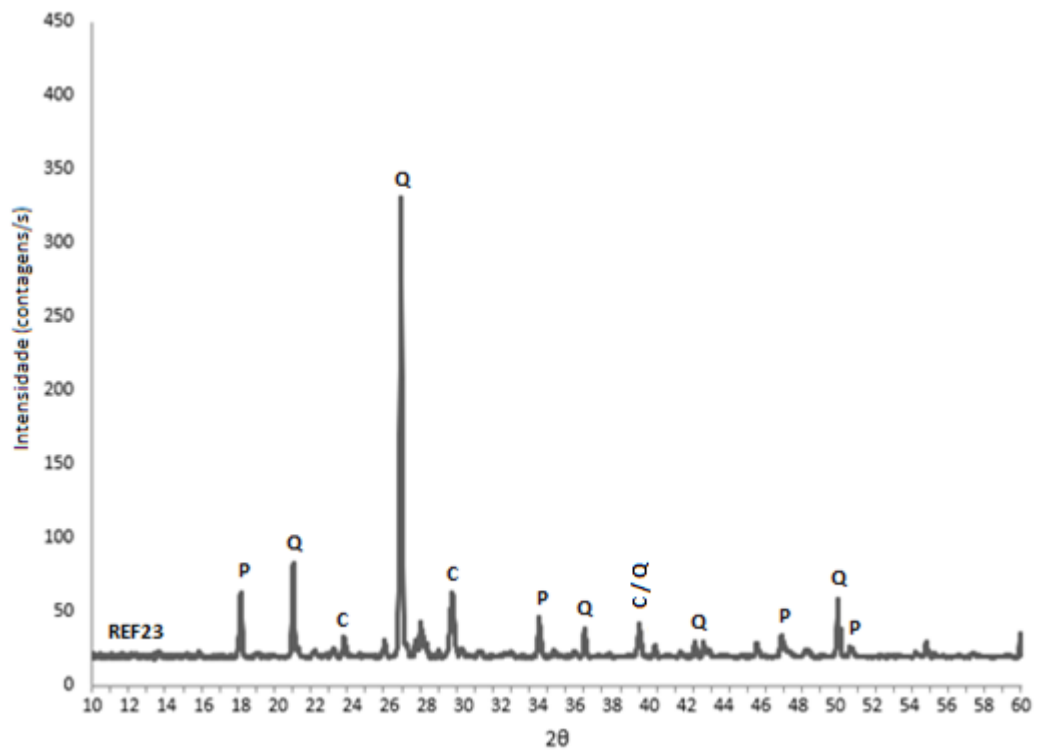
Tabela 11 - Resultado das resistências médias à compressão axial (MPa) e do desvio padrão de 4 corpos de prova de concreto da amostra referência e da amostra com CCA na idade de 91 dias não submetidas a altas temperaturas.

		<b>REF</b>	<b>CCA</b>
<b>23 °C</b>	$f_{c,T}$	47,41	50,53
	$\sigma$	0,186	0,048

Fonte: Adaptado, Kramer (2020)

Nas figuras 13 e 14, encontram-se os difratogramas das amostras dos concretos referência e com substituição de cimento por CCA, respectivamente, não submetidos a altas temperaturas.

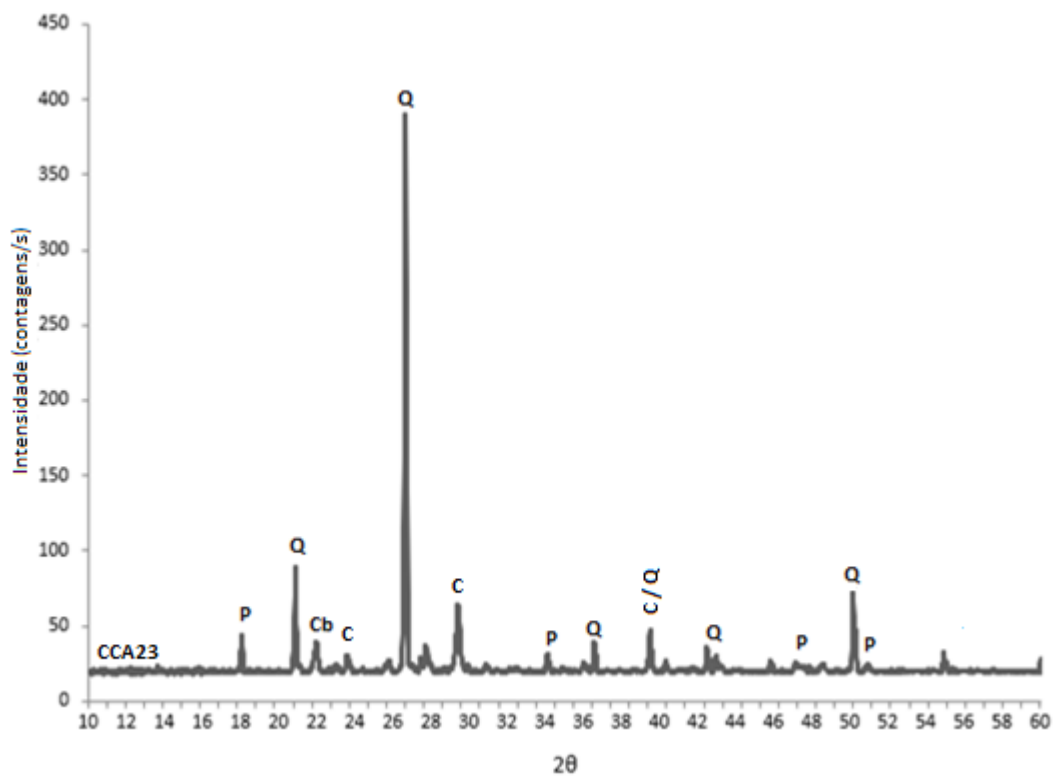
Figura 13 - DRX realizada no concreto REF (isento de CCA), sem ser submetido a altas temperaturas.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita.

Fonte: Autor.

Figura 14 - DRX realizada no concreto CCA, sem ser submetido a altas temperaturas.





Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita, Cb = Cristobalita.

Fonte: Autor.

O aumento de resistência do concreto com CCA, quando comparado com o concreto referência, foi pequeno, assim como verificado por W.H Wang, Meng e D.Z. Wang (2017) e Padilha (2019). Picos característicos de portlandita (P) foram identificados próximos a 18, 34, 47 e 51 [ $^{\circ}2\theta$ ], tanto no difratograma da amostra REF (figura 13), quanto na amostra CCA23 (figura 14). Observa-se que houve uma pequena redução na intensidade do pico referente à portlandita na amostra CCA23 (figura 14) em relação à amostra referência (figura 13), provavelmente pela reação pozolânica entre a portlandita e a sílica amorfa da CCA, como verificada por Zhang, Lastra e Malhotra (1996), Rêgo et al. (2015), Cizer et al. (2016), Almeida (2017) e Sensale e Viacava (2018). Entretanto, os picos ainda eram presentes, indicando que as reações pozolânica não ocorreram completamente, como observado por Almeida (2017).

#### 4.2 RESULTADOS APÓS EXPOSIÇÃO A ELEVADAS TEMPERATURAS

Na tabela 12, encontra-se o resultado das resistências médias à compressão axial em MPa e o desvio padrão de 4 corpos de prova de concreto das amostras referência e da amostra com 25% de substituição de cimento Portland por CCA, quando submetidas a altas temperaturas, obtidas por Kramer (2020).

Tabela 12 - Resultado das resistências médias à compressão axial (MPa) e do desvio padrão de 4 corpos de prova de concreto das amostras referência e da amostra com CCA na idade de 91 dias submetidas a altas temperaturas.

		23 °C	200 °C	400 °C	600°C	900°C
REF	$f_{c,T}$	47,41	36,56	40,34	27,62	2,3
	$\sigma$	0,186	0,342	2,547	2,553	1,445
CCA	$f_{c,T}$	50,53	50,37	47,56	28,54	3,84
	$\sigma$	0,048	0,498	0,995	0,708	0,135

Fonte: Adaptado, Kramer (2020)

Kramer (2020) observa que os traços não influenciaram as resistências e que até a temperatura de 400 °C, houve um leve decréscimo na resistência à compressão, mas após esse

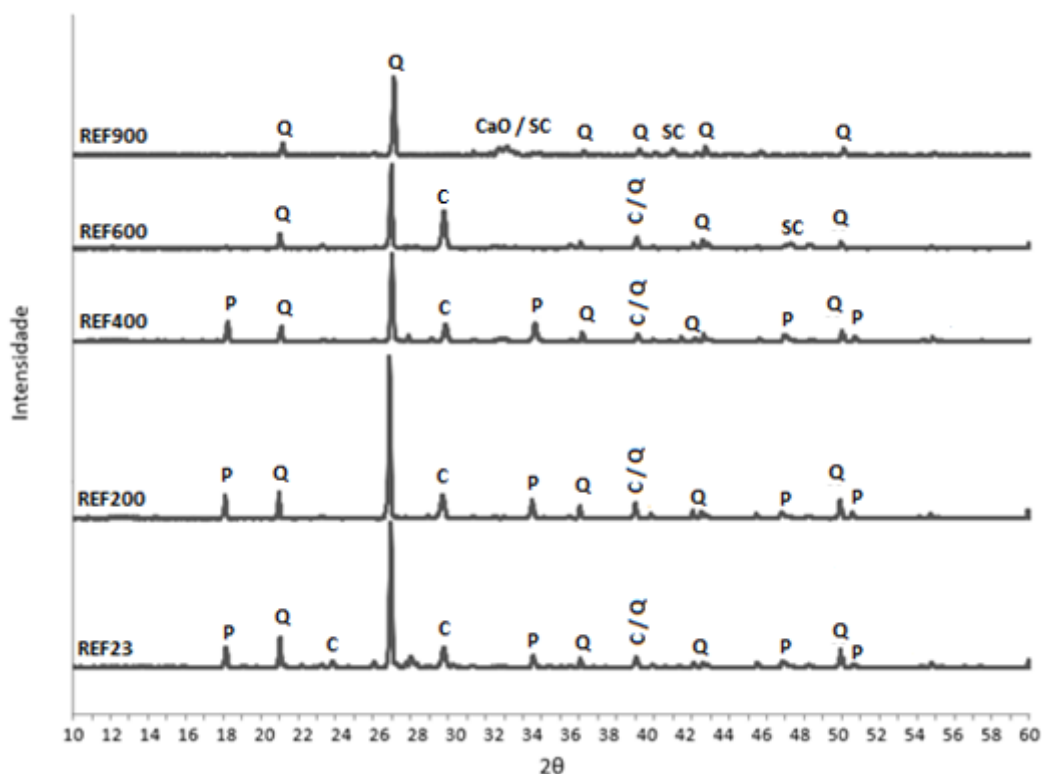
patamar as perdas de resistências foram mais significativas. Esses resultados estão de acordo com o estudo de Lima (2005).

Quando elevadas a 200 °C, as amostras apresentaram uma pequena queda de resistência: o traço REF manteve 77% de sua resistência inicial e o traço CCA manteve 99% de sua resistência inicial (KRAMER, 2020). Esse resultado é contra os resultados do estudo de Majidi (2011), que sugere que deve haver um aumento da resistência devido à hidratação do cimento não hidratado.

Kramer (2020) explica que o aumento de resistência na amostra referência submetida a 400 °C é devido provavelmente à água do gel C-S-H ser liberada e ocasionar aumento das forças de Van der Waals ou ao enrijecimento do gel de cimento.

Nas amostras de concretos submetidas a 600°C, Kramer (2020) observa uma queda considerável de resistência: o traço REF manteve 58% de sua resistência inicial e o traço CCA manteve 56% de sua resistência inicial. Nas amostras de concretos submetidas a 900°C, a queda foi ainda mais acentuada: o traço REF e CCA mantiveram 4,85% e 7,60% de suas resistências iniciais, respectivamente. Nas figuras 15 e 16, encontram-se os difratogramas das amostras dos concretos referência e com substituição de cimento por CCA, respectivamente, submetidos a altas temperaturas.

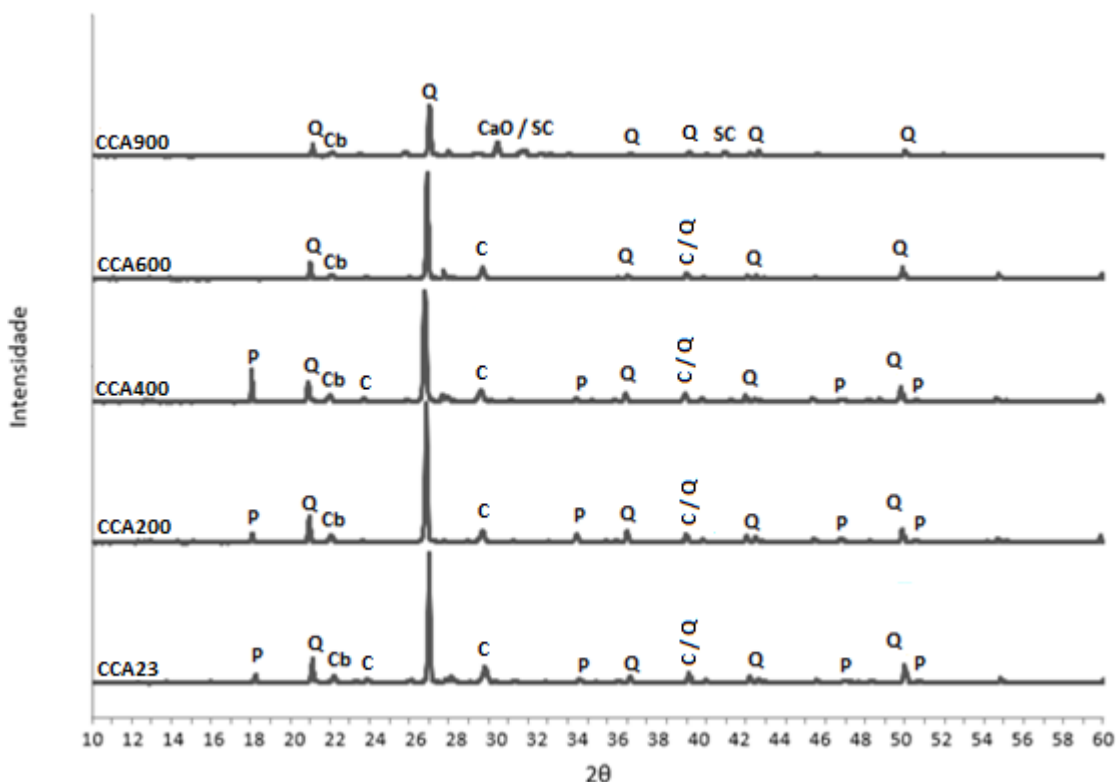
Figura 15 - DRX realizada no concreto REF aquecido até 900 °C.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita, CaO = Óxido de Cálcio, SC = Silicatos de Cálcio.

Fonte: Autor.

Figura 16 - DRX realizada no concreto CCA aquecido até 900 °C.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita, CaO = Óxido de Cálcio, SC = Silicatos de Cálcio, Cb = Cristobalita.

Fonte: Autor.

Em ambos os traços, a intensidade dos picos de Portlandita (P) aumentou quando elevados a 200 °C, provavelmente devido à hidratação tardia dos silicatos de cálcio, principalmente do  $C_2S$ , que segundo Senff, Folgueras e Hotza (2005), hidrata em idades maiores que 28 dias, assim como verificado por Almeida (2017). A portlandita se manteve estável até 400 °C, entretanto nas amostras submetidas à temperatura de 600 °C não foram identificados picos característicos de portlandita, como verificado por Handoo, S. Agarwal e S.K. Agarwal (2002), Castellote et al. (2004), Lima (2005), Peng e Huang (2008), Kim, Yun e Park (2013), Lim e Mondal (2014), Cizer et al. (2016), Almeida (2017), W.H Wang, Meng e D.Z. Wang (2017), Gao, Yang e Li (2018) e Caetano et al. (2019).

Os picos característicos de carbonato de cálcio (C) são encontrados nas amostras submetidas até 600 °C. Nas amostras submetidas a 900 °C esses picos não foram identificados e houve a formação de silicatos de cálcio (SC) a 32 e 41 [°2θ] e óxido de cálcio (CaO) a 32 [°2θ], como verificado por Peng e Huang (2008), Gao, Yang e Li (2018) e Caetano et al. (2019). Isso acontece devido à decomposição do C-S-H em belita, entre 600 e 800 °C, e à decomposição do carbonato de cálcio em CaO, entre 650 e 900 °C (ALARCON-RUIZ et al., 2005; HAGER, 2013; ALQASSIM, et al., 2016; ALMEIDA, 2017).

Para as amostras submetidas a 200 e 400 °C, houve pouco decréscimo de resistência à compressão, para o concreto REF 23% e 15% e para o concreto CCA 1% e 6%, para as respectivas temperaturas. O comportamento dos difratogramas nesses patamares foi semelhante. Para as amostras submetidas a 600 °C, houve a primeira redução significativa de resistência à compressão, 42% para o concreto REF e 44% para o concreto CCA. Nesse patamar, essa redução está correlacionada com a decomposição da portlandita, que ocorre entre 380 e 550 °C, e pode ser observada nos difratogramas nos ângulos 18, 34, 47 e 51 [°2θ], (figuras 15 e 16). (GEORGALI e TSAKIRIDIS, 2005; HAGER, 2013; ALQASSIM et al., 2016; ALMEIDA, 2017).

Para as amostras submetidas a 900 °C, os corpos de prova apresentaram redução representativa na resistência à compressão (95% para o concreto REF e 92% para o concreto CCA). Essa é a temperatura que há a decomposição relevante do gel C-S-H. A degradação do C-S-H gera aumento da porosidade da matriz cimentícia e está associada com a redução da resistência à compressão do concreto nesse patamar (HAGER, 2013; ALMEIDA, 2017).

Portanto verificou-se que na medida em que a temperatura foi elevada houve queda importante na resistência à compressão das amostras de concreto, sobretudo na temperatura de 900°C. Com o comportamento descendente da resistência à compressão das amostras de concreto foi percebido nos difratogramas redução importante dos picos característicos da portlandita, o que demonstra interessante relação entre esse composto cristalino e o comportamento mecânico, independente se os concretos continham ou não a CCA.

## 5. CONCLUSÕES

O objetivo deste trabalho foi caracterizar mineralogicamente concretos contendo CCA quando expostos a altas temperaturas e comparar os resultados obtidos a partir da técnica de DRX com os resultados do comportamento mecânico das amostras.

Em temperatura ambiente, houve um pequeno decréscimo na intensidade do pico referente à portlandita na amostra com 25% de substituição do cimento Portland por cinza de casca de arroz (CCA23) em relação à amostra referência (REF23), ambas curadas por 91 dias e com relação  $a/agl$  de 0,45, sugerindo reação pozolânica entre a portlandita e a sílica amorfa da cinza de casca de arroz. Entretanto, segundo Kramer (2020), o aumento de resistência à compressão do concreto CCA23 foi de 6,58% em relação ao concreto REF23.

Para amostras submetidas à temperatura de 200 °C a uma taxa de 1 °C/min e mantida no forno por 1h após chegar ao patamar de estudo, embora tenha havido um aumento na intensidade dos picos referentes a portlandita, sugerindo hidratação tardia do silicato dicálcico ( $C_2S$ ) que hidratam em idades posteriores, quando comparados ao  $C_3S$ , ambos os traços apresentaram, segundo Kramer (2020) redução de resistência à compressão. Esses picos não são identificados nas amostras submetidas a 600 °C, sugerindo a degradação completa da portlandita e pode explicar a queda representativa da resistência à compressão que Kramer (2020) encontrou nesse patamar.

Os picos referentes ao carbonato de cálcio se mantiveram estáveis nas amostras submetidas até 600 °C. Nas amostras submetidas a 900 °C, o carbonato de cálcio se decompôs, formando óxido de cálcio. A degradação completa do gel C-S-H se dá nesse patamar, evidenciado pelos picos característicos de silicatos de cálcio, e pode explicar a maior queda de resistência à compressão de ambos os traços. Segundo Kramer (2020), a resistência à compressão da amostra REF900 foi de 4,85% em relação à amostra REF23, enquanto que para as amostras REF200, REF400 e REF600 foi de 77%, 85% e 58%, respectivamente. Para as amostras com substituição do cimento Portland com CCA, a resistência à compressão da amostra CCA900 foi de 7,60% em relação à amostra CCA23, enquanto que para as amostras CCA200, CCA400 e CCA600 foi de 99%, 94% e 56%, respectivamente.

### 5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Este trabalho contribuiu para o avanço no conhecimento do comportamento microestrutural de concretos com substituição de cimento Portland por CCA. Entretanto, devido às limitações do programa experimental, ele não é suficiente para entender completamente o

uso de CCA em concretos submetidos a altas temperaturas. Com isso em vista, abaixo são sugeridos tópicos para pesquisas futuras:

- a) Utilizar diferentes teores de substituição e diferentes relações água/aglomerante;
- b) Utilizar diferentes tipos de CCA ou diferentes tipos de substituição mineral, como filler calcário, escória de alto forno e cinza volante, ou a combinação das mesmas, porque, assim como CCA, existe poucos estudos em relação a essas quando elevadas a altas temperaturas;
- c) Verificar se há mudança microestrutural caso o resfriamento seja brusco;
- d) Testar outras taxas de aquecimento;
- e) Utilizar pastas de cimento para realizar o ensaio de DRX;
- f) Utilizar outras técnicas de ensaio, como o MEV, EDS, TG, DTG e VPU.

## REFERÊNCIAS

- ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 5752**: Materiais pozolânicos – determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2014.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7211**: Agregados para concreto - Especificação. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2009.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7215**: [Cimento Portland — determinação](#) da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2019.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7809**: Agregado graúdo - Determinação do índice de forma pelo método do paquímetro. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2019.
- \_\_\_\_\_. **NBR 11579**: [Cimento Portland — determinação do índice de finura por meio da peneira 75 µm \(nº 200\)](#). Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2012.
- \_\_\_\_\_. **NBR 12653**: Materiais pozolânicos – Requisitos. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2014.
- \_\_\_\_\_. **NBR 14432**: Exigências de resistência ao fogo de elementos construtivos de edificações – Procedimento. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2001.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16605**: [Cimento Portland e outros materiais em pó — determinação da massa específica](#). Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2017.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16606**: Cimento Portland – determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2018.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16607**: Cimento Portland – determinação dos tempos de pega. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2018.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16697**: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2018.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 30**: Agregado miúdo - Determinação da absorção de água. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2001.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 45**: Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2006.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 51**: Agregado graúdo - Ensaio de Abrasão "Los Angeles". Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2001.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 52**: Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2001.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 53**: Agregado graúdo - Determinação da massa específica, massa específica aparente e absorção de água. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2009.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 67: [Concreto - determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone](#)**. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 1998.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 248: Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2003.

ALARCON-RUIZ, L.; PLATRET, G.; MASSIEU, E.; EHRLACHER, A. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. **Cement and Concrete Research**, v.35, p. 609-613, 2005.

ALBUQUERQUE, G.B.M.L. **Dimensionamento de vigas de concreto armado em situação de incêndio**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2012.

ALMEIDA, J. M. A. **Comportamento em altas temperaturas e na reidratação de concretos convencional e com cinza de casca de arroz**. 2017. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017.

ALQASSIM, M.A.; JONES, M.R.; BERLOUIS, L.E.A.; NIC DAEID, N. A thermoanalytical, X-ray diffraction and petrographic approach to the forensic assessment of fire affected concrete in the United Arab Emirates. **Forensic Science International**, v.264, p. 82-88, 2016.

ANDREW, R.M. Global CO<sub>2</sub> emissions from cement production, 1928–2018. **Earth Syst. Sci. Data**, 11, 1675-1710, 2019.

ANNEREL, E.; TAERWE, L. Revealing the temperature history in concrete after fire exposure by microscopic analysis. **Cement and Concrete Research**, v.39, p. 1239-1249, 2009.

ANTIOHOS, S.K.; TAPALI, J.G.; ZERVAKI, M.; SOUSA-COUTINHO, J.; TSIMAS, S.; PAPADAKIS, V.G. Low embodied energy cement containing untreated RHA: A strength development and durability study. **Construction and Building Materials**, v.49, p. 455-463, 2013.

BUCHANAN, A.H.; ABU, A.K. Concrete Structures. **Structural Design for Fire Safety**. Jhon Wiley & Sons Ltda, p. 195-233, 2017.

CAETANO, H.; FERREIRA, G.; RODRIGUES, J.P.C.; PIMIENTA, P. Effect of the high temperatures on the microstructure and compressive strength of high strength fibre concretes. **Construction and Building Materials**, v.199, p. 717-736, 2019.

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, p. 1633-1644, 2004.

CIZER, O.; CAMPFORTS, J.; BALEN, K.V.; ELSEN, J.; GEMERT, D.V. Hardening of calcium hydroxide and calcium silicate binders due to carbonation and hydration. **Brittle Matrix Composites 8**, ZTUREK RSI and Woodhead Publ., p. 589-599, 2006.



CORDEIRO, L. N. P. **Análise da variação do índice de amorfismo da cinza de casca de arroz sobre a atividade pozolânica.** 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.

FERNANDES, B.; GIL, A.M.; BOLINA, F.L.; TUTIKIAN, B.F. Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures: physico-chemical changes and analysis techniques. **IBRACON Structures and Materials Journal**, v.10, n.4, p. 838-863, 2017.

FERNEA, R.; FLOREA, I.; MENEA, D.L.; PĂȘCUȚĂ, P.; TĂMAȘ-GAVREA, D.R. X-ray diffraction study on new organic- natural building materials. **Procedia Manufacturing**, v.22, p. 372–379, 2018.

GAO, D.; YANG, L.; LI, Y. In situ monitoring the deterioration processes of hardened cement pastes and mortars exposed to continuous heating. **Construction and Building Materials**, v.192, p. 515-525, 2018.

GEORGALI, B.; TSAKIRIDIS, P.E. Microstructure of fire-damaged concrete. A case study. **Cement & Concrete Composites**, v.27, p. 255-259, 2005.

HAGER, I. Behaviour of cement concrete at high temperature. **Bulletin Of The Polish Academy Of Sciences Technical Sciences**, v.61, n. 1, 2013.

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

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, p. 1180-1190, 2013.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Levantamento Sistemático da Produção Agrícola – LSPA.** Disponível em: <<https://www.ibge.gov.br/estatisticas/economicas/agricultura-e-pecuaria/9201-levantamento-sistemico-da-producao-agricola.html?=&t=destaques>>. Acessado em 03 de mai. 2020.

IKPONG, A.A.; OKPALA, D.C. Strength Characteristics of Medium Workability Ordinary Portland Cement-Rice Husk Ash Concrete. **Building and Environment**, v.27, p. 105-111, 1992.

ISAIA, G.C.; ZERBINO, R.L.; GASTALDINI, A.L.G.; SENSALÉ, G.M. Viabilidade do emprego de cinza de casca de arroz natural em concreto estrutural (Parte II): durabilidade. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v.17, n.2, p. 233-252, 2017.

JAUBERTHIE, R.; RENDELL, F.; TAMBA, S.; CISSE, I. Origin of the pozzolanic effect of rice husks. **Construction and Building Materials**, v.14, p. 419-423, 2000.

KANG, S.H.; HONG, S.G.; MOON, J. The use of rice husk ash as reactive filler in ultra-high performance concrete. **Cement and Concrete Research**, v.115, p. 389-400, 2019.

KHOURY, G.A. Compressive strength of concrete at high temperatures: A reassessment. **Magazine of Concrete Research**, v. 44, n. 161, p. 291-309, 1992.

KIM, K.Y.; YUN, T.S.; PARK K.P. Evaluation of pore structures and cracking in cement paste exposed to elevated temperatures by X-ray computed tomography. **Cement and Concrete Research**, v.50, p. 34-40, 2013.

KRAMER, H.S. **Comportamento mecânico de concretos com substituição parcial de cinza de casca de arroz e adição de fibras de aço em altas temperaturas**. 2020. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Santa Maria, 2020.

LIM, S.; MONDAL, P. Micro- and nano-scale characterization to study the thermal degradation of cement-based materials. **Materials Characterization**, v.92, p. 15-25, 2014.

LIU, Y.; JIN, B.; HUO, J.; LI, Z. Effect of microstructure evolution on mechanical behaviour of concrete after high temperatures. **Magazine of Concrete Research**, v.70, i.15, p. 770-784, 2018.

LIMA, R.G.A. **Investigação do comportamento de concretos em temperaturas elevadas**. 2005. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2005.

MAJIDI, M. K. H. **Effects of exposure to elevated temperatures on properties of concrete containing rice husk ash**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia). School of Civil Engineering, University Sains Malaysia. 2011.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. **Concreto – estrutura, propriedades e materiais**. 4<sup>a</sup> ed., Ed. Pini, São Paulo, 2014.

MOLKENS, T.; COILE, R.V.; GERNAY, T. Assessment of damage and residual load bearing capacity of a concrete slab after fire: Applied reliability-based methodology. **Engineering Structures**, v.150, p. 969-985, 2017.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. 5. ed. Bookman, São Paulo, 2016.

NI, S.; GERNAY, T. Predicting residual deformations in a reinforced concrete building structure after a fire event. **Engineering Structures**, v.202, 2020.

PADILHA, W.F.L. **Análise experimental do desempenho mecânico e de durabilidade de concreto estrutural com resíduos de polipropileno e cinza de casca de arroz sem controle de queima exposto a elevadas temperaturas**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2019.

PENG, G.F.; HUANG, Z.S. Change in microstructure of hardened cement paste subjected to elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v.22, p. 593-599, 2008.

RÊGO, J.H.S.; NEPOMUCENO, A.A.; FIGUEIREDO, E.P.; HASPARYK, N.P. Microstructure of cement pastes with residual rice husk ash of low amorphous silica content. **Construction and Building Materials**, v.80, p. 56-68, 2015.

REIS, G.L. **Resíduos da pasta de cimento Portland tratados termomecanicamente**. 2014. Monografia (Especialização em Construção Civil) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, 2014.

RILEM Technical Committee. **RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures**. 2004.

SALAS, D.A.; RAMIREZ, A.D.; RODRÍGUEZ, C.R.; PETROCHE, D.M.; BOERO, A.J.; DUQUE-RIVERA, J. Environmental Impacts, Life Cycle Assessment and Potential Improvement Measures for Cement Production: A Literature Review. **Journal of Cleaner Production**, 2016.

SENFF, L.; FOLGUERAS, M.V.; HOTZA, D. Hidratação do cimento CP V ARI – RS: influência da água nas reações de hidratação. **49º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, 2005.

SENSALE, G.R. Strength development of concrete with rice-husk ash. **Cement & Concrete Composites**, v.28, p. 158-160, 2006.

SENSALE, G.R. Effect of rice-husk ash on durability of cementitious materials. **Cement & Concrete Composites**, v.32, i.9, p. 718-725, 2010.

SENSALE G.R.; VIACAVA, I.R. A study on blended Portland cements containing residual rice husk ash and limestone filler. **Construction and Building Materials**, v.166, p. 873-888, 2018.

SIDDIQUE, R.; SINGH, K.; KUNAL; SINGH, M.; CORINALDESI, V.; RAJOR, A. Properties of bacterial rice husk ash concrete. **Construction and Building Materials**, v.121, p. 112-119, 2016.

SILVA, S.S. **Avaliação de propriedades mecânicas de concreto com altos teores de filler calcário e cinza de casca de arroz**. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Centro de Tecnologia, Universidade Federal de Santa Maria, 2019.

SINGH, B. Rice Husk Ash. **Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete**, p. 417-460, 2018.

SPRINKLER BRASIL. **Notificações de incêndios estruturais aumentam 63,1% em 2019**. Disponível em: <<https://sprinklerbrasil.org.br/imprensa/notificacoes-de-incendios-estruturais-aumentam-631-em-2019/>>. Acessado em 03 de mai. 2020.

TRINDADE, F.M.O. **Propriedades mecânicas de concretos com diferentes cimentos Portland e com cinza de casca de arroz natural e moída**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Centro de Tecnologia, Universidade Federal de Santa Maria, 2012.

VARGAS, A.S. **Cinzas volantes álcali-ativadas para obtenção de aglomerantes especiais**. 2006. Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2006.

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, p. 741-750, 2015.

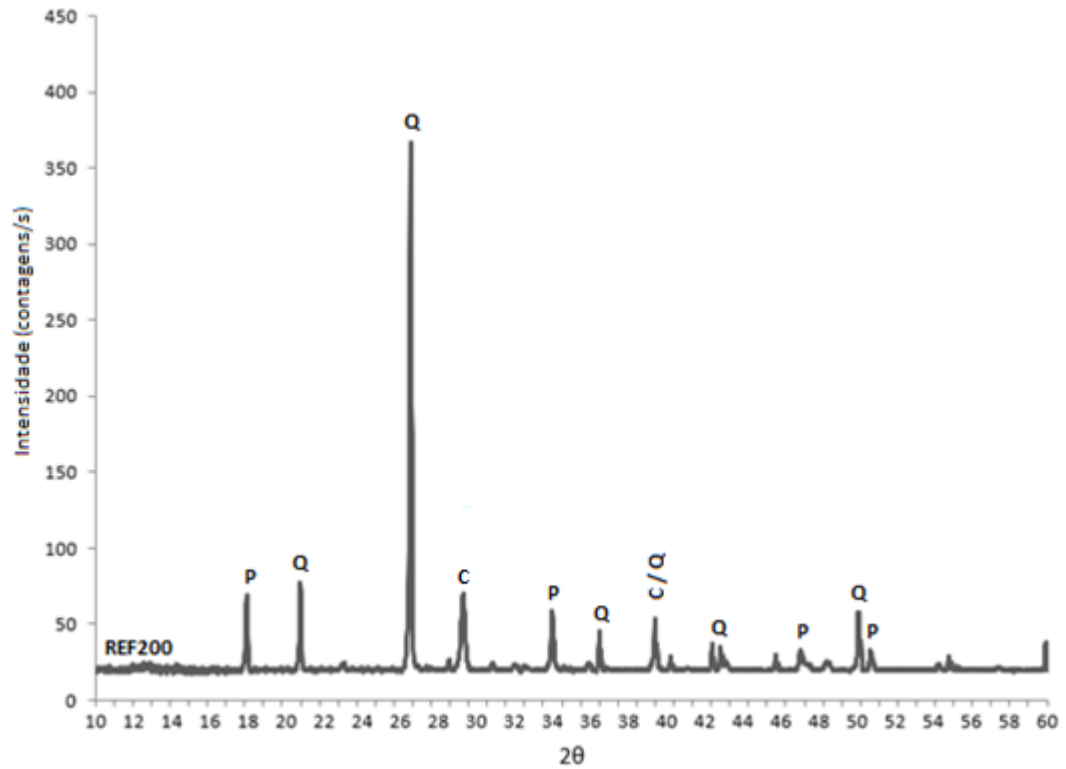
WANG, W.H.; MENG, Y.F.; WANG, D.Z. Effect of Rice Husk Ash on High-Temperature Mechanical Properties and Microstructure of Concrete. **Kem. Ind.**, v.66, p. 157-164, 2017.

YU, Q.; SAWAYAMA, K.; SUGITA, S.; SHOYA, M.; ISOJIMA, Y. The reaction between rice husk ash and  $CA(OH)_2$  solution and the nature of its product. **Cement and Concrete Research**, v.29, p. 37-43, 1999.

ZHANG, M.H.; LASTRA, R.; MALHOTRA, V.M. Rice-husk ash paste and concrete: some aspects of hydration and the microstructure of the interfacial zone between the aggregate and paste. **Cement and Concrete Research**, v.26, p. 963-977, 1996.

## APÊNDICE A – DIFRATOGRAMAS DOS CONCRETOS REF E CCA SUBMETIDOS A ALTAS TEMPERATURAS

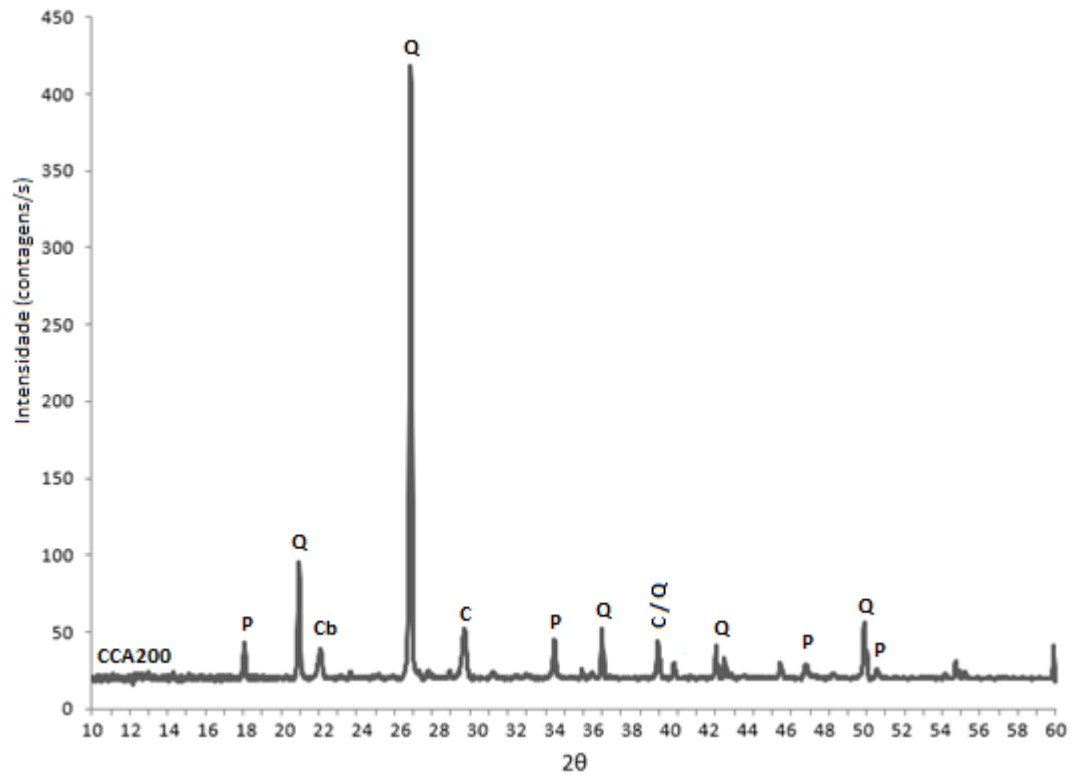
Figura 17 - DRX realizada no concreto REF200.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita.

Fonte: Autor.

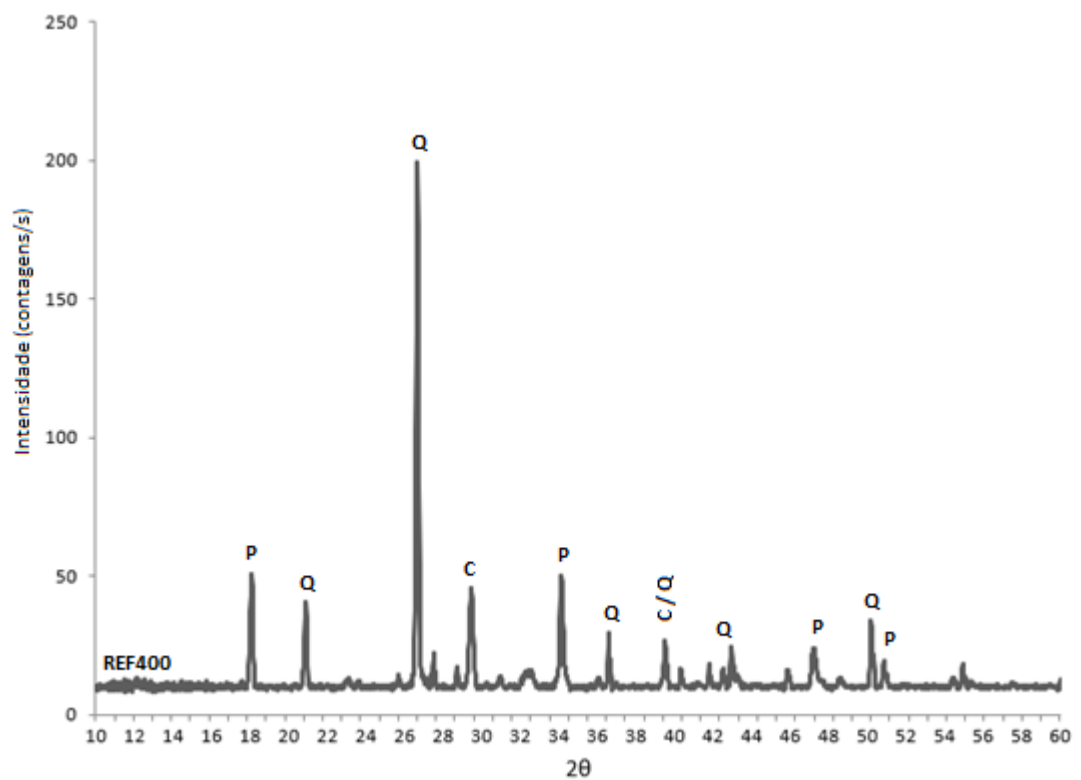
Figura 18 - DRX realizada no concreto CCA200.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita, Cb = Critobalita.

Fonte: Autor.

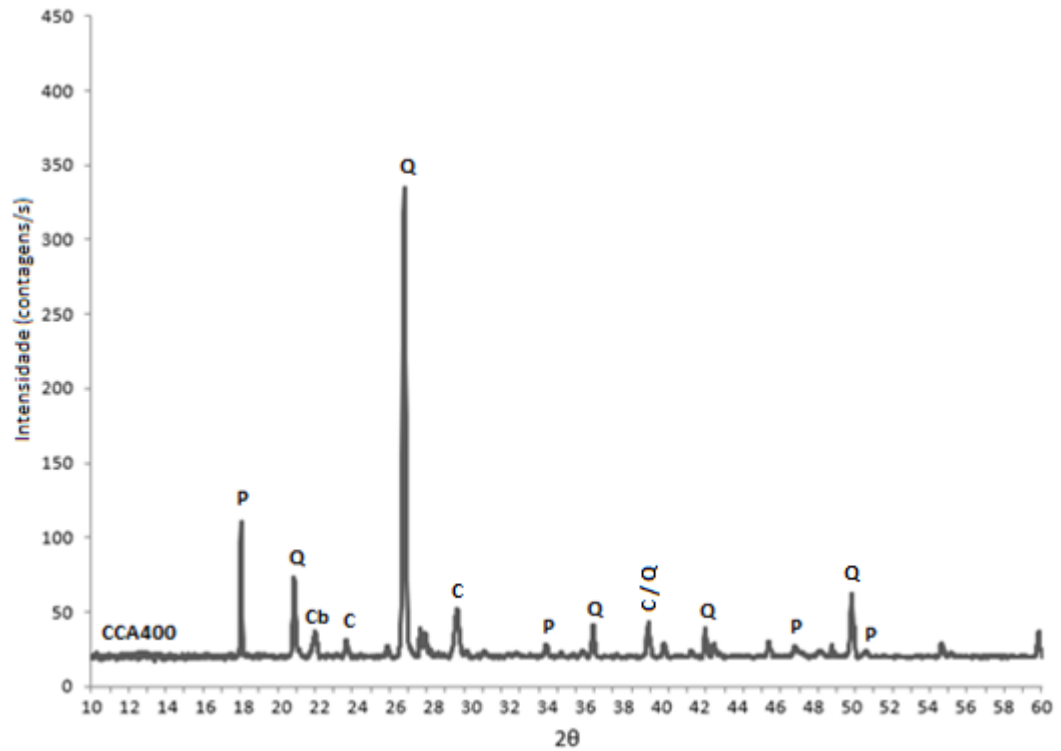
Figura 19 - DRX realizada no concreto REF400.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita.

Fonte: Autor

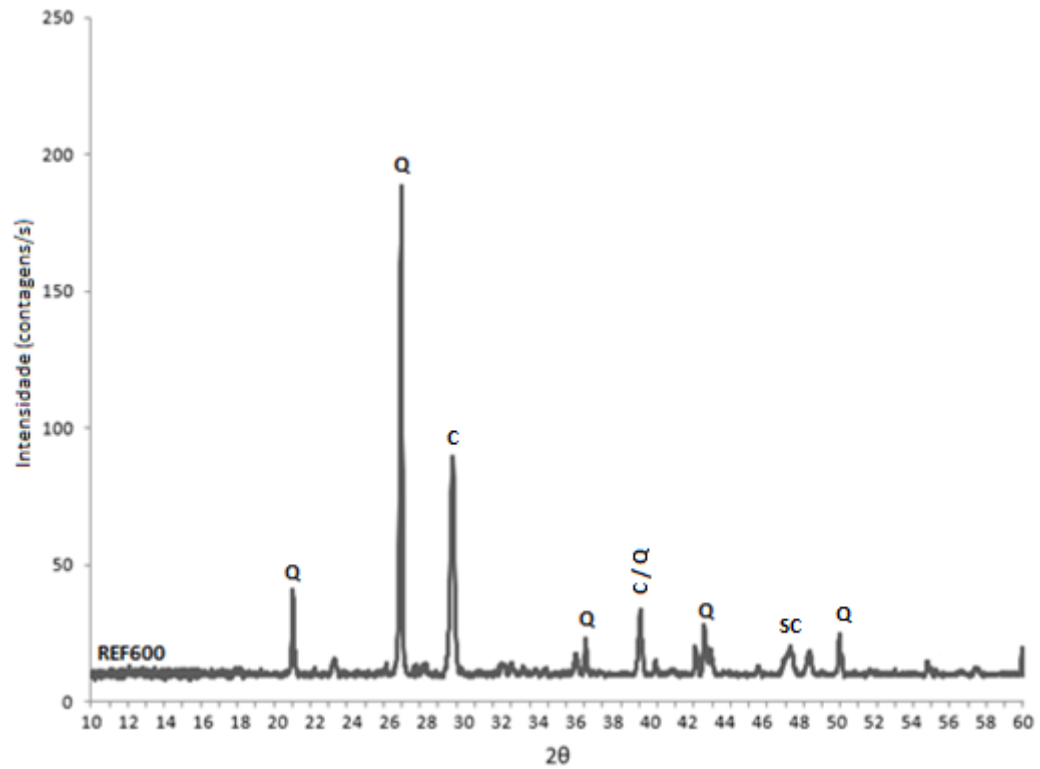
Figura 20 - DRX realizada no concreto CCA400.



Onde P = Portlandita, Q = Quartzo, C = Calcita, Cb = Cristobalita.

Fonte: Autor.

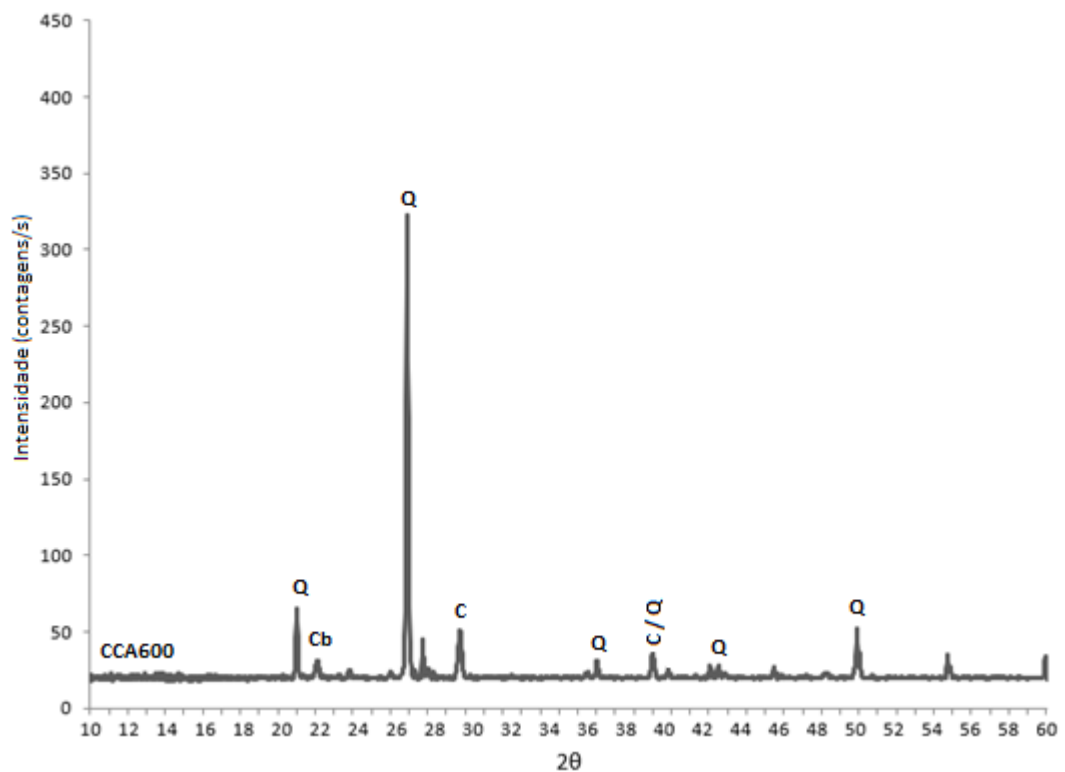
Figura 21 - DRX realizada no concreto REF600.



Onde Q = Quartzo, C = Calcita, CS = Silicatos de Cálcio.

Fonte: Autor.

Figura 22 - DRX realizada no concreto CCA600.

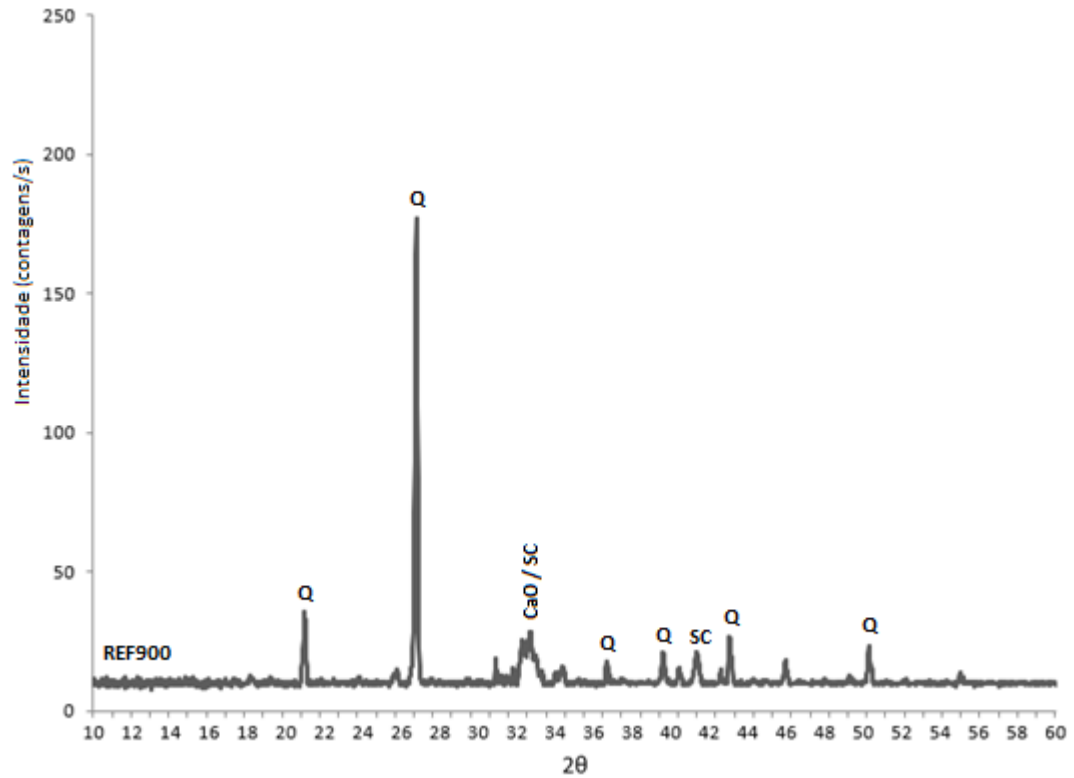




Onde Q = Quartzo, C = Calcita, Cb = Cristobalita.

Fonte: Autor.

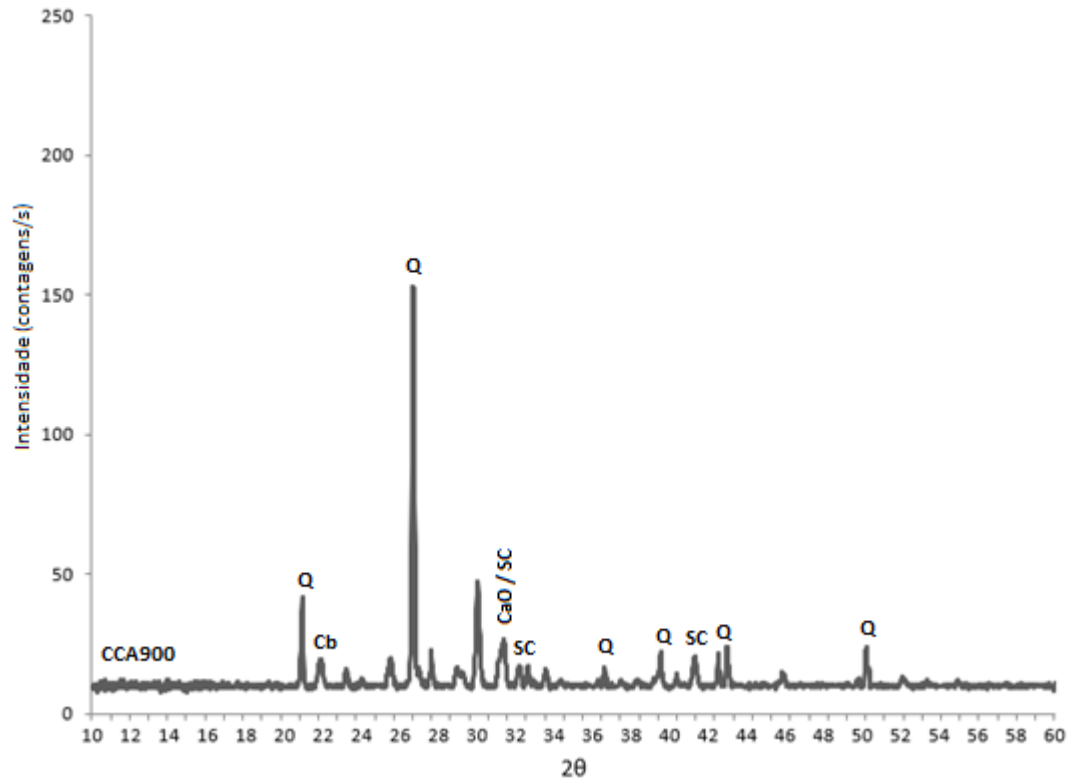
Figura 23 - DRX realizada no concreto REF900.



Onde Q = Quartzo, C = Calcita, CaO = Óxido de Cálcio, SC = Silicatos de Cálcio.

Fonte: Autor.

Figura 24 - DRX realizada no concreto CCA900.



Onde Q = Quartzo, C = Calcita, CaO = Óxido de Cálcio, SC = Silicatos de Cálcio, Cb = Cristobalita.

Fonte: Autor.