

#### PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

#### "Investigação da Reação Álcali-Agregado (RAA) em Testemunhos de Concreto e Agregados Constituintes"

#### CAMILO MIZUMOTO

Orientador: Prof. Dr. Antônio Anderson da Silva Segantini

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia - UNESP – Campus de Ilha Solteira, para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil. Área de Conhecimento: Estruturas

Ilha Solteira – SP Junho/2009 <text><text><text><section-header><section-header><text><text><text>

Thereto feland

Prof. Dr. MARCELO ORNAGHI ORLANDI Departamento de Físico-Química / Instituto de Química de Araraquara

Data da realização: 29 de junho de 2009.

Este trabalho é dedicado a minha família e a minha companheira Liane

#### AGRADECIMENTOS

Agradeço a meus pais Célia Aparecida Sanches Mizumoto e Mamoro Mizumoto e meus irmãos Igor Mizumoto e Joicy Mizumoto por sempre me incentivarem nos momentos da minha vida.

Aos meus orientadores, Prof. Dr. Antônio Anderson da Silva Segantini e Eng. Flávio Moreira Salles pela paciência, auxílio, dedicação, interesse e amizade adquirida ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Selmo Chapira Kuperman pelas sugestões nos diversos passos desta pesquisa, bem como a dedicação, interesse e auxílio científico nas pesquisas desenvolvidas no método da mancha.

Ao Prof. Dr. José Renato J. Delben, Prof. Dr. Fábio S De Vicente e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Ângela A. S. Tardivo Delben, pelo aprendizado, parceria científica e desenvolvimento conjunto nas visualizações microestruturais da reação álcali-agregado desenvolvidas no Laboratório de Física da UFMS – Universidade Federal do Mato Grosso do Sul – campus Campo Grande-MS.

Agradeço ao grupo de polímeros do Laboratório de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira-SP, em especial ao Prof. Dr. Marcelo Ornaghi Orlandi pelo aprendizado, paciência e dedicação nas análises de difração de raios-X e as alunas de mestrado Juliana Lucindo e Elen Poliani pelo auxilio na preparação e desenvolvimento dos ensaios.

À ABCP, representada pelo Prof. Dr. Yoshiro Kihara, Eng. Msc. Flávio Munhoz, Geól. Marcelo Pecchio e Geól. Ana Lívia Zeitune de Paula Silveira, pela parceria científica, auxílio técnico e desenvolvimento conjuntos em ensaios desenvolvidos nesta pesquisa.

Aos técnicos do LCEC - Laboratório CESP de Engenharia Civil, em especial atenção a Joaquim Aparecido de Lima, Euclides Alves Marcelino e Gilmar Dias dos Santos do setor de agregados; Ademir de Jesus (Branco), Jorge Gomes da Costa e Sergio Roberto Souza Firmino do setor de ensaios físicos; José Antônio Michelan, Francisco Eduardo Mendes e Carlos Roberto Santos Feitosa no setor de dosagem; Anderson Rodrigues e Valdemir Izidoro Pascoalim no setor de ensaios estruturais, cuja dedicação destes possibilitou a realização dos ensaios desenvolvidos neste trabalho de mestrado.

Ao Eng. Wanderley Ognebene, Eng. Aloísio Celeri e Eng. Claudomiro Rocha pelos bons momentos de trabalho no ambiente do LCEC.

A oportunidade de trabalhar com profissionais da CESP que dedicaram parte de seu tempo para compartilhar a experiência e convivência, auxiliando na minha formação interpessoal e ciclo de amizade.

Agradeço ao programa P&D da ANEEL e CESP pelo auxílio financeiro e a oportunidade de participação no desenvolvimento desta pesquisa, beneficiando diversas produções técnicas e cientificas.

Á Quím. Elisana Sales nos passos iniciais do kit colorimétrico e a Quím. Denise de Souza Pereira na continuidade da pesquisa, trabalho conjunto e dedicação exclusiva no desenvolvimento dos reagentes.

Agradeço ao técnico Luiz Delfino Vieira Bertolucci e Sumie Okajima Watanabe do setor de ensaios químicos do LCEC, cuja participação, dedicação e trabalho foram essenciais no desenvolvimento dos procedimentos e metodologias do método da mancha e nas análises químicas realizadas neste trabalho.

A Prof<sup>a</sup>. Dr. Mônica Pinto Barboza, Prof. Dr. Geraldo Freitas Maciel e Prof. Dr. Haroldo de Mayo Bernardes pela amizade e participação no decorrer da minha carreira acadêmica.

Agradeço a Sr.<sup>a</sup> Neusa dos Santos que possibilitou momentos alegres em ambiente de pesquisa do LCEC.

Agradeço a todos meus colegas de pós-graduação que beneficiaram momentos felizes e gratificantes.

Á banca avaliadora de mestrado pela presença e contribuição técnico-científica, possibilitando um crescimento pessoal frente à avaliação e sugestões a serem incrementadas neste trabalho.

"(...todas as coisas começam NELE, e NELE encontram seu propósito.) Deus não joga dados."

Albert Einstein

## RESUMO

A reação álcali-agregado (RAA) é um fenômeno expansivo que ocorre em diversas estruturas de concreto que vivenciam fregüentes condições de umidade. O princípio desta reação fundamenta-se em interações químicas entre a sílica constituinte do agregado e os álcalis presentes no concreto, em presença de umidade. O produto formado é um "gel" expansivo que ocasiona processos de fissuração e deslocamentos diferenciais em estruturas de concreto. Atualmente, vários centros de pesquisa têm estudado diversas formas de diagnosticar a presença da reação em estruturas degradadas e avaliar previamente o potencial reativo dos agregados empregados nas obras civis. Os métodos comumente empregados na avaliação da RAA envolvem ensaios laboratoriais normalizados pela NBR 15577 (ABNT, 2008) e técnicas qualitativas de campo. Dentre estas técnicas destaca-se o teste da mancha, que identifica a presença da reação de forma imediata pela formação de tonalidades características em regiões afetadas do concreto. Neste contexto, a presente pesquisa objetivou investigar a RAA em testemunhos de concreto e em diferentes litologias de agregado por análises laboratoriais e técnicas qualitativas. No trabalho desenvolvido foi estudada a composição físico-química de produtos extraídos da RAA e dos materiais componentes dos testemunhos, além de estudos da reatividade potencial dos agregados constituintes por análises mineralógicas e ensaios acelerados de argamassa e concreto, sendo complementados por estudos microestruturais e testes qualitativos (método da mancha). Os resultados mostraram a diversidade na composição de xerogéis da RAA e incompatibilidades nos resultados dos ensaios de reatividade em agregados. Os testes colorimétricos apresentaram um desempenho satisfatório no indicativo da RAA, além de distinguir a presença de outras manifestações patológicas nos concretos e compósitos estudados.

**Palavras-chave:** Concreto. Agregado. Reatividade potencial. Reação álcali-agregado. Colorimétrico.

## ABSTRACT

The alkali-aggregate reaction (AAR) is an expansion phenomenon that occurs in diverse concrete structures that live in frequently conditions of humidity. The principle of this reaction is based on chemical interactions between the constituent yield of the aggregate and the alkalis of the concrete, in humidity presence. The created product is an expansion gel that generates processes of cracking and differential displacements in concrete structures. Nowadays, many research centers have studied diverse forms to diagnose the presence of the reaction in degraded structures and to previously evaluate the potential reactivity of aggregates used in civil buildings. The common methods used in the evaluation of the RAA involved laboratory assays normalized by NBR 15577 (ABNT, 2008) and qualitative techniques of yield. Among these techniques, the staining method detached which identifies the presence of the reaction of immediate form for the formation of characteristic shade in affected regions of the concrete. In context, the present research objectified to investigate the AAR in concrete core and different lithology of aggregate, being approached laboratory assays and qualitative techniques. It was studied the composition physical-chemistry of extracted products of the AAR and the component materials of concrete core, besides studies of the potential reactivity of constituent aggregates for mineralogical assays and mortar bar test and concrete prisms. Also complemented by microstructure studies and qualitative tests (staining method). The results showed diverseness composition of xerogels of the AAR and incompatibilities in the results of the reactivity assays in aggregates. The staining tests showed satisfactory performances in the indicative of the AAR with regard of the presence of other pathological manifestations in concrete and cement composites.

Key-words: Concrete. Aggregate. Accelerated tests. Alkali aggregate-reaction. Staining method.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1:	Estrutura comprometida pela RAA (Stanton, 1940)	27
Figura 1.2:	Fissuras em rodovias e deslocamento diferencial numa ponte	28
Figura 1.3:	Fissuração em blocos de fundação afetados pela RAA	29
Figura 1.4:	Concentração de íons na solução porosa do cimento x tempo de cura	32
Figura 1.5:	Estrutura química da sílica. A) Amorfa, b) Cristalina	33
Figura 1.6:	Neutralização por NaOH de grupos silanol ácidos	34
Figura 1.7:	Quebra das ligações das pontes de siloxano por NaOH	34
Figura 1.8:	Agregado reativo envolto pelo cimento	35
Figura 1.9:	Superfície do agregado atacada pelos íons OH	35
Figura 1.10:	Grupo Silanol (Si-OH) dissociados	36
Figura 1.11:	Liberação das moléculas de SiO- e formação do gel ao redor do agregado	36
Figura 1.12:	O gel em umidade expande gerando tensões no concreto	36
Figura 1.13:	Estado de tensões e conseqüente formação de fissuras	37
<b>Figura 1.14:</b> agregados	Detalhe do gel em poro preenchido e bordas de reação nos	39
Figura 1.15:	Processo de carbonatação. Fonte: Cascudo (1991 apud SPERT, 2003). Adaptado	42
Figura 1.16:	Medida da profundidade de carbonatação – teste fenolftaleína	43
Figura 1.17:	Depósitos de carbonato e formação de estalactites. A) Reservatório de Santa Efigênia – Curitiba/PR, b) Barragem dos Estados Unidos	45
Figura 1.18:	Reação com sulfatos. A) Fissuração na base de concreto da torre de rede elétrica, b) Degradação do concreto da Barragem Fort Peck (Montana), 1971 pela formação de gipsita – identificada por DRX	47
Figura 1.19:	Sintomatologia das reações	51
Figura 2.1:	Amostra submetida ao tratamento com acetato de uranila	54
Figura 2.2:	Determinação de potássio da rocha de granodiorito. A) rocha natural, b) Detecção do feldspato de potássio (amarelo) e plagioclásio (vermelho)	57
Figura 2.3:	Teste colorimétrico em concreto afetado pela RAA, seqüência de impregnação:1) Solução Na-cobaltonitrito, 2) Solução rodamina B base e 3) Constatação da RAA	58
Figura 2.4:	Análise por EDS do gel impregnado com cobaltonitrito de sódio	60
Figura 2.5:	Coloração cobaltonitrito de sódio no concreto afetado pela RAA. a) Argamassa e b) Bordas de reação no agregado	61

Figura 2.6:	Coloração rósea da rodamina B base no concreto afetado pela RAA a) Distinção de regiões com reação, b) Coloração em regiões não afetadas pela reação	63
Figura 2.7:	Análise por EDS do gel impregnado com rodamina B base	64
Figura 3.1:	Esquema dos ensaios desenvolvidos na pesquisa	67
Figura 3.2:	UHE Jaguari – SP. A) Material branco na superfície do concreto, b) Local de coleta do material – saída da Tomada D`Água	68
Figura 3.3:	Fragmento com poros preenchidos	65
Figura 3.4:	Triagem inicial da amostra	65
Figura 3.5:	Preparação da amostra em microscópio	65
Figura 3.6:	Análises realizadas nos xerogéis da RAA	65
Figura 3.7:	Resumo dos ensaios realizados com os materiais	71
Figura 3.8:	Preparo inicial da amostra em almofariz de ágata	73
Figura 3.9:	Amostras para ensaio	73
Figura 3.10:	Porta amostra, lamínula, base de vidro e espátula utilizados	73
Figura 3.11:	Ensaio em andamento – detalhe do equipamento de difração	73
Figura 3.12:	Análise petrográfica. a) Detalhe do microscópio petrográfico – objetivas (1) e mesa giratória (2); b) Determinação do ângulo de extinção ondulante (undulatory extinction – c) na mesa giratória (MANTUANI apud POOLE, 1992, p.12)	74
Figura 3.13:	Equipamento de leitura de expansões	75
Figura 3.14:	Banho térmico NaOH 1N controlado à 80ºC	75
Figura 3.15:	Instante de retirada da barra do banho térmico	75
Figura 3.16:	Leituras de expansão	75
Figura 3.17:	Ensaio de reatividade em barras de argamassa – NBR 15577-4 Adaptado (RILEM, 2008)	76
Figura 3.18:	Detalhe da moldagem – fôrma com haste guia de inox	77
Figura 3.19:	Separadores utilizados para segmentar as barras	77
Figura 3.20:	Recipiente utilizado no ensaio NBR 15577-6	79
Figura 3.21:	Equipamento de leitura de expansões	79
Figura 3.22:	Instante de colocação da barra no banho térmico a 38 °C	79
Figura 3.23:	Leituras de expansão	79
Figura 3.24:	Ensaio de reatividade em prismas de concreto ( $38 \pm 2^{0}$ C) – NBR 15577-6	80

Figura 3.25:	Ensaio de reatividade em prismas de concreto (58 $\pm$ 2°C) – estabelecido	81
Figura 3.26:	Seqüência de aplicação do kit colorimétrico	82
Figura 3.27:	Aplicação do Kit Colorimétrico – LCEC	84
Figura 3.28:	Teste inicial em amostra de concreto	84
Figura 3.29:	Fluxograma de ensaios com o kit RAA	85
Figura 3.30:	Preparo das amostras por fratura	86
Figura 3.31:	Amostras recobertas com ouro no porta-amostra para análise no MEV e EDS	86
Figura 3.32:	Análise dos produtos da RAA em barras de argamassa. (a) Análise no MEV, (b) EDS da etringita – ponto A e (c) EDS do gel da RAA – ponto B	87
Figura 3.33:	Diferentes formas de gel da reação álcali-sílica.(a) Forma gretada, (b) Forma cristalina	87
Figura 4.1:	Difratograma da amostra T1.1 antes e após a perda ao fogo (PF)	92
Figura 4.2:	Difratograma das amostras T1.2 e T3	93
Figura 4.3:	Amostras T1.2 e T3 análise no intervalo $2\theta$ = 23,0 a 37,0	93
Figura 4.4:	Inspeções visuais a olho nu na amostra T 1.1. a) Aspecto a olho nu b) Aspecto no microscópio estereoscópico	96
Figura 4.5:	Inspeções visuais a olho nu na amostra T1.2. a) Presença de bordas de reação no agregado, b) Presença de poros preenchidos na amostra	97
Figura 4.6:	Inspeções visuais com microscópio estereoscópico. A) Detalhe do poro preenchido com "gel", b) Observação de micropartículas nos poros do concreto	97
Figura 4.7:	Inspeções visuais a olho nu na amostra T 2. a) e b) Presença de poros parcialmente preenchidos no concreto	98
Figura 4.8:	Inspeções visuais com microscópio estereoscópico na amostra T 1.2. a) Detalhe do poro parcialmente preenchido com gel da reação, b) Processo de formação do "gel" notado em muitos poros	98
Figura 4.9:	Inspeções visuais a olho nu na amostra T 3. a) Detalhe do macro poro preenchido com material esbranquiçado, b) Presença de bordas de reação no agregado	99
Figura 4.10:	Inspeções visuais com microscópio estereoscópico na amostra T 3. a) Detalhe do poro preenchido com gel, b) Processo de formação do "gel" observado em muitos poros	99
Figura 4.11:	Perfil granulométrico estabelecido para a areia M2	103
Figura 4.12:	Fotomicrografias dos agregados G2 e G3, com presença de feldspatos (F), mica (M), quartzo (Q), biotita (B) e mirmequitas (Mi). Nicóis cruzados. Ampliação de 10x	106

Figura 4.13:	Fotomicrografia de B1 e B2 o qual se observa vidro vulcânico (V), piroxênio (P), plagioclásio (PL), Feldspatos (F) e opacos (O). Nicóis cruzados. Ampliação de 40x (a) e 10x (b)	106
Figura 4.14:	Fotomicrografia de B2 e S1 com o qual se observa vidro devitrificado (V), quartzo microcristalino (Qm) entre cristais maiores de quartzo, respectivamente. Nicóis cruzados. Ampliação de 40x (a) e 10x (b)	106
Figura 4.15:	Reatividade Potencial dos agregados M2 e API	109
Figura 4.16:	Comportamento reativo dos agregados estudados	109
Figura 4.17:	Mapeamento de fissuras e curvatura em G3 (445), B1 (448) e B2 (449)	110
Figura 4.18:	Análise microscópica da barra S1. a) Esfacelamento do agregado após 60 dias de ensaio e b) formação de um anel ao redor dos poros	111
Figura 4.19:	Expansões e pesos dos granitos G2 e G3 em T=38 ºC e T=60 ºC	112
Figura 4.20:	Expansões e pesos do seixo S1 e a areia M2 em T=38 $^{\circ}$ C e T=60 $^{\circ}$ C	113
Figura 4.21:	Expansões e pesos dos basaltos B1 e B2 em T=38 $^{\circ}$ C e T=60 $^{\circ}$ C	113
Figura 4.22:	Comparativo das expansões (NBR 15577-6): 3 e 4 meses de expansão à 60 ºC vs 1 ano à 38 ºC	114
Figura 4.23:	Erosão e eflorescência nos prismas de concreto. a) Amostra B1 – fenômeno pontual e b) Amostra G2 – fenômeno em toda barra com presença de fissuras	116
Figura 4.24:	Ensaio acelerado em prismas de concreto. a) Fissuras contínuas na região central do concreto G3 e b) Poros com bordas escuras em M2	116
Figura 4.25:	Prismas de concreto – amostra S1. a) Erosão e eflorescências na superfície do concreto, b) Fissuras contínuas nas regiões degradadas	116
Figura 4.26:	Aspecto do concreto no qual se observa poros esféricos na argamassa preenchidos com cristais de etringita (E). Ampliação 40x.	118
Figura 4.27:	Micrografia da amostra T1.1- xerogel de carbonato de cálcio	120
Figura 4.28:	Micrografia dos produtos cristalizados nos poros da amostra T1.2	120
Figura 4.29:	Micrografia indicando a presença de acículas nos poros de T2	120
Figura 4.30:	Microanálise do xerogel T2 (ponto A), possível etringita	120
Figura 4.31:	Micrografia do xerogel presente nos poros de T3	120
Figura 4.32:	Microanálise do óxido de cálcio (ponto A) presente no xerogel	120
Figura 4.33:	Micrografia indicando a presença de acículas nos poros de B1.	121
Figura 4.34:	Microanálise por EDS das acículas (ponto A) do concreto de B1	121
Figura 4.35:	Micrografia do xerogel gretado nos poros da barra G2	121
Figura 4.36:	Microanálise por EDS do xerogel gretado	121
Figura 4.37:	Micrografia do preenchido com xerogel maciço	122

Figura 4.38:	Diversidade de estruturas observadas na barra S1	122
Figura 4.39:	Micrografia do poro da amostra B1 T=38 ºC	123
Figura 4.40:	Micrografia dos produtos cristalizados no poro da amostra G2 T=38 <sup>0</sup> C	123
Figura 4.41:	Micrografia do conglomerado de acículas nos poros de G2 T=60 ºC	123
Figura 4.42:	Micrografia indicando a presença de acículas nos poros de T2	123
Figura 4.43:	Teste colorimétrico em rochas. a) Teste positivo com Na- cobaltonitrito para T1.2-A2 , b), c) e d) Teste positivo com rodamina B base para T1.2-A2, B1 e G3, respectivamente.	124
Figura 4.44:	Amostras antes e após o ataque com ácido clorídrico (concentração 15%) (a) Amostra padrão e (b) amostra T1.1	125
Figura 4.45:	Avaliação do Ph com o indicador de fenolftaleína	125
Figura 4.46:	Análise microscópica dos xerogéis T1.2 e T3 submetidos à impregnações com os regentes do kit colorimétrico. a) e c) T1.2 e T3 após o tratamento com Na-cobaltonitrito, respectivamente, b) e d) T1.2 e T3 após o tratamento com Na-cobaltonitrito e rodamina B base, respectivamente.	126
Figura 4.47:	Aplicação do Na-cobaltonitrito em T1.2 a) Bordas de reação em torno do agregado graúdo e b) Identificação de poros preenchidos com xerogel	127
Figura 4.48:	Identificação da RAA com o kit colorimétrico nas amostras T2 (a) e T3 (b)	128
Figura 4.49:	Análise microscópica de T1.2 submetido ao teste da mancha. A) Identificação do poro preenchido com xerogel da RAA (ponto 1) e b) Comportamento em poro semi preenchido (ponto 2)	128
Figura 4.50:	Aplicação do Na-cobaltonitrito em T1.2. a) Cor avermelhada em poros semi preenchidos com xerogel e b) Detalhe do xerogel	128
Figura 4.51:	Aplicação do Na-cobaltonitrito em T2. a) Cor vermelha clara nos grumos de xerogel e b) Detalhe do xerogel	129
Figura 4.52:	Desenvolvimento da RAA em barras de argamassa ao longo do tempo (dias) e expansão (e)	131
Figura 4.53:	Testes com Na-cobaltonitrito em prismas de concreto. Amostras de $60^{\circ}$ C de G3 (a) e S1 (b) e de 38°C de G3 (c) e S1 (d)	133
Figura 4.54:	Teste completo com os reagentes colorimétricos nos prismas de concreto. Amostras de $60^{\circ}$ C de G3 (a) e S1 (b) e de $38^{\circ}$ C de G3 (c) e S1 (d)	133
Figura 4.55:	Micrografia do fragmento de extraído da interface agregado/pasta	134
Figura 4.56: Figura A.1:	Microanálise por EDS (ponto A) da pasta do concreto S1 (T=38ºC) Análise mineralógica por DRX dos agregados do testemunho T1.2	134 151

Figura A.3:	Análise mineralógica por DRX do agregado do testemunho T3	152
Figura A.4:	Análise mineralógica por DRX do agregado G2 para compósitos de argamassa e concreto	153
Figura A.5:	Análise mineralógica por DRX do agregado G3 para compósitos de argamassa e concreto	154
Figura A.6:	Análise mineralógica por DRX do agregado B1 para compósitos de argamassa e concreto	155
Figura A.7:	Análise mineralógica por DRX do agregado B2 para compósitos de argamassa e concreto	156
Figura A.8:	Análise mineralógica por DRX do agregado S1 para compósitos de argamassa e concreto	157
Figura A.9:	Difratograma do material lixiviado do prisma de concreto S1	158

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1:	Composição química do gel da RAA (% massa)	39
Tabela 1.2:	Indicadores de Ph	42
Tabela 1.3:	Agentes químicos atuantes e sintomatologia em análises laboratoriais	52
Tabela 2.1:	Métodos colorimétricos de identificação da RAA	65
Tabela 3.1:	Materiais estudados	67
Tabela 3.2:	Relação dos agregados utilizados na pesquisa	70
Tabela 3.3:	Quantidade de agregado empregado no ensaio NBR 15577-4	74
Tabela 3.4:	Quantidade de material utilizado nos ensaios	78
Tabela 4.1:	Análise química dos testemunhos de concreto	89
Tabela 4.2:	Análise química da argamassa dos testemunhos	90
Tabela 4.3:	Composição química dos géis estudados.	91
Tabela 4.4:	Análise petrográfica dos agregados graúdos (pedras britadas)	95
Tabela 4.5:	Análise macroscópica dos testemunhos de concreto	100
Tabela 4.6:	Análise microscópica dos testemunhos de concreto	100
Tabela 4.7:	Características físico-químicas do aglomerante	101
Tabela 4.8:	Características físicas dos agregados empregados nos ensaios de reatividade	102
Tabela 4.9:	Análise química dos agregados	102
Tabela 4.10:	Análise petrográfica dos agregados graúdos – amostras B1 e B2.	104
Tabela 4.11:	Análise petrográfica dos agregados graúdos – amostras G2 e G3	105
Tabela 4.12:	Análise petrográfica dos agregados S1 e M2	105
Tabela 4.13:	Componentes cristalinos presentes nos agregados	108
Tabela 4.14:	Dosagens utilizadas nos prismas de concreto	112
Tabela 4.15:	Análise química das eflorescências de S1	117
Tabela 4.16:	Resultados dos testes com xerogéis	125
Tabela 4.17:	Resultados dos testes acelerados e da análise do teste da mancha	135
Tabela 4.18:	Resumo da análise colorimétrica e microestrutural	136
Tabela B.1:	Expansões em barras de argamassa – amostras B1 e B2	159
Tabela B.2:	Expansões em barras de argamassa – amostras G2 e G3	160
Tabela B.3:	Expansões em barras de argamassa – amostras S1 e M2	161
Tabela B.4:	Análise das expansões em prismas de concreto ensaiados em duas temperaturas	162

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AASHTO	American Association of State Highway and Transportation
	Officials
ABCP	Associação Brasileira de Cimento Portland
ANEEL	Agência Nacional de Energia Elétrica
ASTM	American Society for Testing and Materials
CESP	Companhia Energética de São Paulo
CB-18	Comissão Brasileira - Cimento, Concretos e Agregados
LCEC	Laboratório CESP de Engenharia Civil
LFQ	Laboratório de Física e Química
LFI	Laboratório de Física
RAA	Reação Álcali-Agregado
RAS	Reação Álcali-Sílica
RASS	Reação Álcali-Silicato
RAC	Reação Álcali-Carbonato
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
EDS	Espectroscopia por Dispersão de Energia de raios X
DRX	Difração de raios X
UR	Umidade Relativa
NaCl	Cloreto de Sódio
Na <sub>2</sub> O	Óxido de sódio
K <sub>2</sub> O	Óxido de potássio
OH <sup>-</sup>	Hidroxilas
K+	Íon potássio
Na+	Íon sódio
SiO <sub>2</sub>	Dióxido de silício
NaOH	Hidróxido de sódio
CaO	Óxido de cálcio
Si-OH	Grupo silanol
CaMg (CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Calcáreo dolomítico
Mg(OH)₂	Brucita

CaCO <sub>3</sub>	Carbonato de cálcio (calcita)
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
SO <sub>2</sub>	Dióxido de enxofre
H₂S	Sulfeto de hidrogênio
Ca⁺	Íon cálcio
H <sub>2</sub> O	Água
HF	Ácido fluorídrico
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Sulfato de sódio
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de alumínio
CaO	Óxido de Cálcio
SiO <sub>2</sub>	Óxido de silício
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de ferro
MgO	Óxido de magnésio
Na₂O	Óxido de sódio
K <sub>2</sub> O	Óxido de potássio
SO₃	Anidrido sulfúrico
MF	Módulo de finura
PF	Perda ao fogo
рН	Potencial de hidrogênio ou hidrogeniônico
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
С-Н	Hidróxido de cálcio ou Portlandita
"C"	CaO
"S"	SiO <sub>2</sub>
"H"	H <sub>2</sub> O
" <u>s</u> "	SO <sub>3</sub>
" <b>A</b> "	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

## SUMÁRIO

	INTRODUÇÃO	21
	JUSTIFICATIVA DO PROBLEMA	21
	OBJETIVOS	22
	METODOLOGIA DE DESENVOLVIMENTO E ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO	24
Capítu	ilo 1	
ASPEC	TOS GERAIS DA RAA NO CONCRETO	26
1.1	Manifestações da RAA em estruturas de concreto	30
1.2	Mecanismos da reação álcali-agregado (RAA)	30
1.2.1	Considerações gerais	30
1.2.2	Considerações sobre o gel da RAA	38
1.3	Reações deletérias adversas no concreto: mecanismos químicos	40
1.3.1	Reação de carbonatação	40
1.3.2	Mecanismo de lixiviação e eflorescências	44
1.3.3	Ataque por sulfatos	45
1.3.4	Ataque interno por sulfatos (etringita secundária)	48
1.3.5	Reações envolvendo sulfatos e carbonatos	49
1.4	Sintomatologias das reações deletérias do concreto	50
Capítu MÉTOD	IO 2 O QUALITATIVO PARA AVALIAÇÃO DA RAA EM	50
	) Métodos do acetato de uranila ou método Cornell	53
2.1	Método do sulfato de cupramônio	55
2.2	Método colorimétrico ou método da mancha	56
2.3.1	Método colorimétrico de identificação de certos minerais em rochas	56
2.3.2	Método colorimétrico de identificação da RAS	58
2.3.2.1	Reagente 1: cobaltonitrito de sódio	59
2.3.2.2	Reagente 2: rodamina B base	62
2.4	Comparativo: método da mancha e demais métodos colorimétricos	64

### Capítulo 3 PROGRAMA DE ENSAIOS

3.1	Ensaios de avaliação da RAA	66
3.2	Análise do gel da RAA em testemunhos extraídos	67
3.3	Ensaios de reatividade potencial em agregados	70
3.3.1	Agregados	70
3.3.2	Aglomerante	70
3.3.3	Ensaios de caracterização físico-química	71
3.3.3.1	Ensaio de Difração de raios-X (DRX)	72
3.3.4	Análise petrográfica de agregados naturais NBR 15577-3	73
3.3.5	Ensaios de expansão em barras de argamassa (NBR 15577-4)	74
3.3.6	Reatividade potencial em prismas de concreto (NBR 15577-6)	77
3.4	Ensaios de análise qualitativa e micro estrutural	82
3.4.1	Ensaio de contraste químico – Método da mancha	82
3.4.1.1	Agregados	83
3.4.1.2	Xerogéis extraídos	83
3.4.1.3	Testemunhos e amostras aceleradas	83
3.4.1.4	Análises microestruturais das amostras	85

66

## Capítulo 4

ANÁLIS	ANÁLISE DOS RESULTADOS	
4.1	Caracterização dos testemunhos de concreto	88
4.1.1	Caracterização química	88
4.1.2	Análise difratométrica	91
4.1.3	Histórico petrográfico	94
4.1.4	Inspeção visual dos testemunhos	95
4.2	Amostras aceleradas: argamassa e concreto	101
4.2.1	Caracterização dos materiais	101
4.2.2	Análise petrográfica dos agregados (NBR 15577-3)	104
4.2.3	Análise cristalográfica dos minerais por DRX	107
4.2.4	Ensaios acelerados em barras de argamassa (NBR 15577-4)	109
4.2.5	Ensaios acelerados em prismas de concreto (NBR 15577-6)	111

4.2.6	Análise petrográfica dos prismas de concreto (NBR 15577-3)	
4.2.7	Microanálises em testemunhos e amostras aceleradas	
4.3	Ensaios com kit colorimétrico	
4.3.1	Impregnação em agregados graúdos	123
4.3.2	Testes de identificação de patologias em xerogéis	
4.3.3	Testes em testemunhos e amostras aceleradas	
4.3.3.1	Testemunhos de concreto	
4.3.3.2	Barras de argamassa – NBR 15577-4	
4.3.3.3	Prismas de concreto – NBR 15577-6 e modificado	
4.4	Análise comparativa de metodologias de avaliação da RAA	135

## Capítulo 5

CONSIDERAÇÕES FINAIS		
5.1	Análise do contexto	137
5.1.1	Testemunhos de concretos deteriorados e material lixiviado	137
5.1.2	Ensaios acelerados em barras de argamassa e prismas de concreto	138
5.1.3	Método da mancha – análise qualitativa da RAA	139
5.2	Conclusões	140
5.3	Sugestões para pesquisas futuras	142

## REFERÊNCIAS

Anexo A150A.1Ensaios de difração de raios-X150

143

Anexo B		159
B.1	Ensaios de reatividade potencial	159

## **INTRODUÇÃO**

Na execução de estruturas de concreto é imprescindível a realização do controle tecnológico dos materiais na obra e também no laboratório, de modo que sejam identificados possíveis problemas que podem no futuro reduzir a vida útil das estruturas pela possibilidade de ocorrência de colapsos e manifestações patológicas precoces. As patologias nas construções, em muitos casos, têm sua origem em decorrência de fatos ou deficiências técnicas que poderiam ser detectadas na fase de estudos preliminares, devendo ser considerados aspectos relativos aos componentes do concreto, ao ambiente de exposição da estrutura e em possíveis falhas decorrentes do processo de execução.

Algumas manifestações patológicas relacionam-se ao concreto constituinte das estruturas, onde fenômenos de fissuração e corrosão de armaduras reduzem a durabilidade da mesma. Dentre as manifestações deletérias conhecidas no concreto, destaca-se a reação álcali-agregado (RAA), caracterizada por gerar um quadro de fissuração desordenada e deformações diferenciais em estruturas.

Este fenômeno ocorre pela interação química dos constituintes do concreto, onde a sílica presente no agregado interage com os íons alcalinos pertinentes à pasta, na presença de umidade. O produto desta reação é um gel sílico-alcalino, freqüentemente visível na interface pasta/agregado e nos poros do concreto, com caráter predominantemente expansivo.

O principal agravante da RAA está relacionado à sua manifestação contínua ao longo do tempo, ampliando gradativamente o quadro de fissuração do concreto. Dessa maneira, o estudo preliminar dos agregados a serem empregados no concreto é imprescindível, sendo necessários ensaios laboratoriais de avaliação da potencialidade reativa destes materiais.

Em estruturas já afetadas pela RAA os testes laboratoriais também são utilizados para constatar a presença da reação. Contudo, também é possível realizar um diagnóstico em campo por meio de testes qualitativos no concreto afetado, favorecendo a avaliação inicial e imediata da presença da RAA.

Um dos testes qualitativos empregados é o teste da mancha ou teste colorimétrico

#### Introdução

ou contraste de imagens, caracterizado pelo uso de reagentes químicos que confirmam a existência da reação através do surgimento de colorações características nos locais afetados no concreto.

A verificação da ocorrência da RAA numa estrutura permite a tomada de decisões quanto ao tipo de reparo ou reforço estrutural a ser empregado, de forma a minimizar os efeitos deletérios da reação.

#### JUSTIFICATIVA E COLOCAÇÃO DO PROBLEMA

Diversas pesquisas têm sido desenvolvidas em diferentes países para melhor entender o comportamento da RAA. Isto tem sido evidenciado pela ocorrência de diversos simpósios e conferências sobre o tema, o que demonstra a grande preocupação da comunidade técnica e científica pelos efeitos da reação e as condutas e procedimentos a serem adotados.

Considerado como o "câncer" do concreto (COLLINS, 2007) a RAA possui um comportamento químico ainda obscuro, devido à complexidade dos mecanismos físico-químicos da reação e à diversidade na composição química do gel resultante da reação.

Os estudos comumente desenvolvidos em laboratório referem-se a ensaios preliminares dos agregados a serem empregados no concreto, sendo realizadas metodologias de aceleração da RAA em barras de argamassas e prismas de concreto.

Em estruturas afetadas pela RAA, convencionalmente adota-se a extração de testemunhos cilíndricos de concreto para a avaliação em laboratório por meio da petrografia e da análise por microscopia convencional. Sims e Poole (2003) citam o uso da petrografia como uma técnica de observação direta da reação, passando por estágios de inspeção visual à caracterização em lâminas finas.

A análise petrográfica é caracterizada como um ensaio laboratorial qualitativo, exigindo um tempo de preparo da amostra e experiência do operador na identificação da reação no concreto.

Outras metodologias também podem ser aplicadas no diagnóstico da reação, sendo, contudo empregadas in loco, ou seja, diretamente no concreto deteriorado na estrutura, facilitando um parecer qualitativo inicial da RAA.

Guthrie e Carey (1998) citam a facilidade de constatação da reação pelo método colorimétrico desenvolvido pelo laboratório Los Álamos, conhecido como método da mancha, uma vez que a constatação da reação é notória após a aplicação de reagentes químicos no concreto. Outro benefício é o uso do kit<sup>1</sup> de reagentes em análises petrográficas, auxiliando na identificação da reação no concreto.

Contudo, o kit Los Alamos possui custo elevado e variável, em função de sua importação por empresas especializadas. Além disso, são poucas as pesquisas, desenvolvidas pelo meio técnico-científico, que atestam o seu desempenho na identificação da RAA.

Neste contexto, o presente trabalho busca avaliar o uso de um kit colorimétrico, empregado pela empresa CESP, aplicando-o em testemunhos de concreto afetados pela RAA e amostras aceleradas em laboratório – barras de argamassa e prismas de concreto. Além disso, deseja-se verificar a validade do método em concretos compostos por agregados de diferentes tipos litológicos.

#### **OBJETIVOS**

O interesse do meio técnico-científico pela reação álcali-agregado tornou imperativa a necessidade de estudos aprofundados sobre o tema, visto que diversas estruturas encontram-se atualmente afetadas pela RAA.

O Laboratório CESP de Engenharia Civil – LCEC, conhecido centro de referência em estudos da RAA, tem em desenvolvimento o projeto de P&D – Pesquisa e Desenvolvimento relacionado sobre o assunto, intitulado "Investigações Relativas à Reação Álcali-Agregado em Estruturas de Concreto", projeto 0061-019/2006 com financiamento da ANEEL – Agência Nacional de Energia Elétrica.

Este projeto iniciado em junho de 2007 com parceria da ABCP - Associação

Brasileira de Cimento Portland e Desek, tem como um de seus produtos a presente tese de mestrado, e tem os seguintes objetivos:

- Avaliar o comportamento expansivo da reação nos ensaios acelerados, verificando a reatividade potencial em função da litologia do agregado;
- Avaliar a composição do gel da RAA em testemunhos de concreto compostos por tipos litológicos diferenciados.
- Observar em escalas diferenciadas os produtos da reação formados em poros do concreto e interfaces pasta/agregado;
- Avaliar a confiabilidade do método colorimétrico em testemunhos afetados e em amostras aceleradas desenvolvidas em laboratório;
- Verificar o comportamento do kit colorimétrico em produtos formados por manifestações patológicas distintas (carbonatação e RAA);

## METODOLOGIA DE DESENVOLVIMENTO E ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO

O presente trabalho está estruturado em seis capítulos. Neste primeiro capítulo – "INTRODUÇÃO" – são feitas considerações iniciais a respeito da pesquisa, identificando o contexto do tema escolhido, as justificativas da escolha e os objetivos do trabalho.

No capítulo 1 – "ASPECTOS GERAIS DA RAA NO CONCRETO" – são abordados os mecanismos químicos da reação álcali-agregado e outras manifestações patológicas que ocorrem conjuntamente à reação, sendo feito uma abordagem final sobre sintomas comuns e particulares de cada patologia.

Na parte 2 – "MÉTODO QUALITATIVO PARA AVALIAÇÃO DA RAA EM CAMPO" – faz-se uma consideração a respeito dos métodos qualitativos de identificação da RAA e a fundamentação química de identificação, sendo principalmente enfocado o método da mancha ou método colorimétrico.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Conjunto de objetos agregados para uma finalidade específica

No capítulo 3 – "PROGRAMA DE ENSAIOS" – aborda-se a caracterização dos materiais necessários à realização da pesquisa, bem como o planejamento dos experimentos e os métodos utilizados.

O capítulo 4 – "ANÁLISE DE RESULTADOS" – apresenta os resultados obtidos nos ensaios, as análises e discussões dos mesmos.

As considerações finais e sugestões para trabalhos futuros são apresentadas no capítulo 5 – "CONSIDERAÇÕES FINAIS".

# Capítulo

#### ASPECTOS GERAIS DA RAA NO CONCRETO

A reação álcali-agregado (RAA) no concreto é uma reação química que ocorre entre os álcalis do cimento e os minerais dos agregados na presença de umidade. Os sintomas manifestados no concreto são observados no decorrer dos anos na forma de fissuras e deformações estruturais. A correlação entre os sintomas observados e a ocorrência da RAA nem sempre é de fácil interpretação, pois existem outras manifestações patológicas com sintomas similares. Por esse motivo a RAA necessita de uma descrição minuciosa de seus efeitos e manifestações frente a outras patologias. Neste primeiro capítulo procura-se, à priori, abordar a manifestação da RAA em estruturas e sua interação química nos poros e pasta do concreto. Posteriormente, é feita uma descrição de outras manifestações deletérias que apresentam características comuns à RAA e que se diferenciam pelos agentes químicos envolvidos e pelas características macro-visuais que podem ser observadas em inspeções do concreto.

#### 1.1 Manifestações da RAA em estruturas de concreto

Stanton, em 1940, foi o primeiro pesquisador a sugerir que a grande quantidade de fissuras em pontes e rodovias de concreto na costa da Califórnia estava associada a interação entre os agregados empregados (opala e chert) e a solução de álcalis gerada no processo de hidratação do cimento (PREZZI et al., 1997).



Figura 1.1: Estrutura comprometida pela RAA (Stanton, 1940). Fonte: Thomas, 2008.

A sustentação desta hipótese nos anos 40, foi evidenciada em trabalhos subseqüentes de Berkey, Hansen, Meissner e Stanton et al.(PREZZI et al., 1997). A pesquisa pioneira de Stanton (1940) despertou gradativa preocupação sobre o assunto em função do diagnóstico da RAA em diversas estruturas de concreto no mundo.

Entre 1940 e 1941, os Estados Unidos iniciaram pesquisas em centros científicos, universidades e empresas de cimento em função da constatação da RAA em várias barragens importantes (Parker, Sterwart Mountain e Gene Wash, entre outras), e em obras de arte e rodovias.

No mesmo período, na Austrália, iniciou-se um programa de pesquisas coordenado pelo CSIRO – Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization, tendo como foco principal o entendimento do mecanismo da RAA.

Na África do Sul a reação foi notada em 1974, mas as pesquisas sobre o assunto tiveram inicio apenas em 1977.

Na década de 90, a China noticiou casos de deterioração de estruturas afetadas, iniciando-se a partir daí uma avaliação de suas jazidas e preocupação quanto à produção de cimento, apesar dos estudos sobre o tema reportarem os anos 60.

Segundo Andriolo (1997) os principais relatos de ocorrência mostram danos em edifícios, pontes e viadutos, obras portuárias, centrais termoelétricas, obras

hidráulicas, barragens, centrais hidroelétricas e túneis. Na Figura 1.2 tem-se uma ilustração da RAA em pavimentos de concreto e em uma estrutura de ponte.



Figura 1.2: Fissuras em rodovias e deslocamento diferencial numa ponte. Fonte: AASHTO, 2000.

Atualmente, em razão do grande número de estruturas afetadas em diversos países, várias pesquisas sobre a RAA vêm sendo realizadas, visando um melhor entendimento dos mecanismos da reação, as características reativas dos agregados, o comportamento estrutural de obras afetadas e a ação e efeito da utilização de produtos inibidores.

No contexto nacional, a ocorrência da RAA foi constatada há 56 anos por entidades e profissionais, sobretudo em obras de usinas hidroelétricas (ANDRIOLO, 1997).

Com o desenvolvimento da tecnologia do concreto na década de 60 – época das construções das grandes hidroelétricas - surgiram os problemas decorrentes da RAA e a necessidade de estudos laboratoriais sobre o assunto.

A CESP – Companhia Energética de São Paulo destacou-se na época pelo estudo do comportamento da RAA, sendo a primeira empresa a realizar estudos com inibidor pozolânico e empregá-lo no concreto produzido para às obras da UHE Engenheiro Souza Dias (Jupiá) (OLIVEIRA, 1997).

Muitas construções que não tiveram preocupações quanto aos estudos preliminares da potencialidade reativa dos materiais constituintes apresentaram no decorrer dos anos os efeitos da reação. No ano de 1996, foram identificadas pela SABESP – Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo S.A - inúmeras fissuras na estrutura de concreto da Tomada d'Água do túnel 6 - Sistema Cantareira. Os estudos realizados pela Themag identificaram as anomalias como relacionadas à RAA e a ocorrência de comportamentos expansivos diferenciados em locais específicos de cada elemento de concreto (KUPERMAN et al., 1997).

Em 2004, em função do interesse observado na inspeção de sapatas e blocos de fundação após o colapso no Edifício Areia Branca (OLIVEIRA, 2007), constatou-se um dos primeiros casos da reação em obras prediais nas regiões metropolitanas de Olinda e Recife/PE. Este incidente despertou a preocupação do meio técnico quanto à importância dos conceitos de vida útil e durabilidade das construções. Em virtude do ocorrido, foram realizadas inspeções em fundações de diversos prédios da Grande Recife, verificando-se erros de execução e degradação por fissurações ligadas à RAA.

Na Figura 1.3 segue ilustrada a situação encontrada em algumas fundações prediais afetadas pela RAA, em Recife.



Figura 1.3: Fissuração em blocos de fundação afetados pela RAA. Fonte: Salles et. al., 2003.

Os fatos ocorridos na região de Recife iniciaram um movimento com profissionais e especialistas de diversas áreas para implantação de uma comissão de estudos e discussões para a elaboração da norma brasileira relativa ao tema.

No ano de 2005, a 47<sup>0</sup> reunião anual do IBRACON enfatizou o assunto com a presença do engenheiro canadense Bernoit Fournier, possibilitando uma abordagem

internacional sobre a RAA.

Um segundo encontro do engenheiro canadense com os centros de pesquisa da ABCP, CESP e FURNAS, possibilitou a participação de laboratórios brasileiros na criação de um programa interlaboratorial, avaliando os ensaios acelerados com agregados internacionais e nacionais.

O decorrer do processo de reuniões e eventos técnico-científicos da comissão de estudos formada em 2005 do CB18/ABNT, proporcionou em 2008 a criação da primeira norma brasileira sobre aspectos da reação álcali-agregado, nomeada como NBR 15577.

Em 2006, o Laboratório CESP de Engenharia Civil postula e aprova um projeto P&D - Pesquisa e Desenvolvimento sobre a RAA junto à ANEEL – Agência Nacional de Energia Elétrica. O projeto P&D iniciado em 2007 envolveu ensaios acelerados, estudo de caso da UHE Jaguari e desenvolvimento de um kit químico de identificação da RAA em campo, sendo este o tema principal deste trabalho.

#### 1.2 Mecanismo da reação álcali-agregado (RAA)

#### 1.2.1 Considerações gerais

O concreto é constituído por compostos naturais, material cimentício e adições minerais e industrializadas. Os processos físico-químicos presentes no concreto desenvolvem-se ao longo de toda sua vida, os quais, dependendo do tipo de interação, podem afetar a sua qualidade e a sua durabilidade.

Dentre os fatores que comprometem a durabilidade, destaca-se a RAA, caracterizada pela geração de um gel expansivo na zona de interface pastaagregado e vazios do concreto, ocasionando deslocamentos diferenciais e fissuras nas estruturas.

O processo químico de deterioração pela RAA no concreto pode ser classificado em função do tipo e da mineralogia do agregado reativo envolvido, de três formas:

reação álcali-sílica (RAS), reação álcali-silicato (RASS) ou reação álcali-carbonato (RAC) (KUPERMAN et al., 2005). A intensidade e velocidade das reações de expansão dependem da concentração e fase reativa no agregado (KIHARA, 1986).

A RAS é mais comum, pois seu processo de evolução é mais rápido e melhor detectado pelos ensaios de reatividade. Esta reação ocorre entre os álcalis e alguns tipos de silicatos presentes em certas rochas sedimentares (argilitos, siltitos e grauvacas), metamórficas (ardósias, filitos, xistos, gnaisses, granulitos, entre outras) e ígneas (granitos) (PORTELA et.al., 2006 apud HASPARYK, 1999).

O processo químico da RAS é decorrente da interação entre a sílica do agregado reativo e os álcalis oriundos do cimento, dos agregados que contenham feldspatos alcalinos, ou outras fontes externas, tais como soluções de sulfato de sódio (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) e cloreto de sódio (NaCl).

Os álcalis presentes no cimento, representados pelo Na<sub>2</sub>O e K<sub>2</sub>O, podem se apresentar na forma solúvel ou insolúvel, sendo a primeira encontrada nos sulfatos, cuja fonte de fornecimento é mais rápida à reação ao passo que a segunda apresenta-se nas fases sólidas do clínquer<sup>2</sup> (fases sulfatos e aluminatos), com uma interação química mais lenta, decorrente do processo de hidratação (DIAMOND, 1989 *apud* HASPARYK, 2005).

Estes componentes alcalinos em solução acarretam o aumento da alcalinidade nos poros do concreto (pH) elevando a concentração de hidroxilas (OH<sup>-</sup>), responsáveis pela reação.

Segundo Kihara (1986) a liberação e a concentração dos álcalis na solução dos poros dependem da hidraulicidade das diferentes fases do cimento, sendo seu conteúdo aumentado sob condições de alta umidade (>85%) e temperatura, relacionadas à cinética da reação.

Os álcalis constituintes do cimento tem sua origem no processo de calcinação do clínquer. Os íons Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup> presentes no clínquer são inicialmente vaporizados no processo, devido as altas temperaturas dos fornos, sendo posteriormente condensados sobre o mesmo ao longo de seu transporte e resultando na formação uma camada superficial de álcalis. Alguns álcalis permanecem na superfície do

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Calcário e silicato semifundidos e aglutinados de que se obtém o cimento por moagem

clinquer, ao passo que outros se encontram internos a sua estrutura (PETERSON et al., 2000 apud SANTOS, 2008).

No decorrer do processo de hidratação do cimento, os compostos alcalinos presentes na superfície tornam-se disponíveis mais rapidamente, ao passo que os presentes internamente na estrutura interagem quimicamente no decorrer do processo de hidratação (PETERSON; ULM, 2000).

Estudos realizados por Kurtis, Collins e Monteiro (2002) mostram a concentração dos íons alcalinos na solução intersticial do cimento, ressaltando a permanência dos álcalis na solução aquosa da matriz cimentícia, conforme se observa na Figura 1.4.



Figura 1.4: Concentração de íons na solução porosa do cimento x tempo de cura. Fonte: Kurtis, Collins e Monteiro (2002).

O constituinte presente em agregados reativos, conhecido como sílica, é composto de dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>) nas suas várias formas, incluindo-se as sílicas cristalinas, as vítreas e as amorfas.

A estrutura básica da sílica é um arranjo tetraédrico, o qual possibilita a formação de uma rede cristalina tridimensional infinita, compartilhando-se os átomos de oxigênio de um tetraedro com os grupos vizinhos. A sílica amorfa é a mais reativa quimicamente, sendo encontrada nas rochas do tipo opala, tridimita, calcedônia e quartzo.

A composição química desordenada do composto amorfo interage de forma mais significativa com as hidroxilas (OH<sup>-</sup>) do que a sílica cristalina, uma vez que esta se apresenta estruturalmente ordenada, como pode ser observado na Figura 1.5.



Figura 1.5: Estrutura química da sílica. a) Amorfa, b) Cristalina Fonte: Collins et al. (2007). Adaptado.

Segundo Plum (1958), a equação geral que rege a reação álcali-silica é expressa quimicamente segundo a equação 1:

$$SiO_2 + NaOH + Ca(OH)_2 + H_2O \rightarrow n_1Na_2O \cdot n_2CaO \cdot n_3SiO_2 \cdot n_4H_2O$$
(1)

Nesta equação o NaOH é determinado pelo equivalente alcalino (Na<sub>2</sub>O +  $0,66K_2O$ ) e, segundo diversos autores o caráter expansivo do gel é regido pela a quantidade de CaO constituinte.

Estudos realizados por Prezzi (1997) indicaram a importância do cálcio no mecanismo de expansão, onde a relação CaO/(Na<sub>2</sub>O) presente no gel rege o comportamento expansivo.

De acordo com Dent Glasser e Kataoka (1981), Carrillo e Perez (1984), Hasparyk (2005), a sílica presente nas rochas e minerais suscetíveis à reação interage quimicamente com as hidroxilas (OH<sup>-</sup>), caracterizando-se inicialmente por uma reação do tipo ácido-base entre os grupos silanol (Si-OH).

Os cátions presentes no meio são atraídos se associando à estrutura deste grupo, desbalanceado negativamente pelo SiO<sup>-</sup>, ocorrendo assim uma neutralização por íons Na<sup>+</sup>. A reação química e a ilustração esquemática são apresentadas a seguir pelas equações 2 e 3:

Si-OH OH  $H_2O$ (2) Si-O [silanol] [hidroxila] + [ânion] [água]  $\rightarrow$ Si-O Na Si-ONa (3) [ânion] [álcalis] + [gel sílico-alcalino]  $\rightarrow$ 



Figura 1.6: Neutralização por NaOH de grupos silanol ácidos. Fonte: Dent Glasser e Kataoka (1981).

Uma segunda reação também ocorre entre as hidroxilas em excesso com as pontes de siloxano, havendo a quebra das ligações e substituição por pares de SiO<sup>-</sup>, conforme se observa na equação 4:



Figura 1.7: Quebra das ligações das pontes de siloxano por NaOH. Fonte: Dent Glasser e Kataoka (1981).

É importante lembrar que estas reações ocorrem simultaneamente, sendo que os pares dissociados produzidos na equação 4 são balanceados com compostos alcalinos, mostrado na equação 3, formando um gel sílico-alcalino de forte caráter expansivo (CARRILLO; PEREZ, 1984; HASPARYK, 2005; TAYLOR, 1997).

Além disso, é observado que o principal papel dos hidróxidos alcalinos na reação é a elevação do pH do concreto, propiciando a quebra das ligações do siloxano pelas hidroxílas.

O gel sílico-alcalino caracteriza-se por ser hidrófilo e sob condição de umidade aumenta volumetricamente, gerando tensões suficientes para danificar a estrutura do concreto (COLLINS, 2007; POOLE, 1992).

Nas Figuras 1.8 a 1.13, seguem ilustrações do desenvolvimento da reação álcalisílica no concreto.



Figura 1.8: Agregado reativo envolto pelo cimento. Fonte: Collins et al. (2007).



Figura 1.9: Superfície do agregado atacada pelos íons OH<sup>-</sup>. Fonte: Collins et al. (2007).



Figura 1.10: Grupo Silanol (Si-OH) dissociados. Fonte: Collins et al. (2007).



**Figura 1.11:** Liberação das moléculas de SiO<sup>-</sup> e formação do gel ao redor do agregado. **Fonte:** Collins et al. (2007).



Figura 1.12: O gel em umidade expande gerando tensões no concreto. Fonte: Collins et al. (2007).


Figura 1.13: Estado de tensões e conseqüente formação de fissuras. Fonte: Collins et al. (2007).

É importante lembrar que a ocorrência da reação só é provocada na condição de umidade, teor de álcalis na mistura e minerais reativos suficientes para ocasionar a reação.

Outra particularidade da RAA é a reação álcali-silicato (RASS), caracterizada por apresentar uma natureza mais lenta e complexa, sendo o tipo reação mais comumente encontrado em barragens brasileiras e em blocos de fundação na grande Recife (CICINELLI, 2008).

A interação reativa da RASS se dá entre os álcalis do cimento e alguns tipos de silicatos encontrados em rochas sedimentares, metamórficas e ígneas.

Os agregados rochosos suscetíveis a este tipo de reação apresentam fundamentalmente quartzo "tensionado" proveniente de processos tectônicos ou minerais expansivos da classe dos filossilicatos, tais como vermiculitas, ilitas e montmorilonitas expansivas (KIHARA, 1986).

O quartzo tensionado é atribuído como principal agente responsável da reação, sendo caracterizado termodinamicamente por sua elevada entropia e identificado via microscopia de luz polarizada pelo ângulo de extinção ondulante superior a 25° (DOLAR-MANTUANI, 1981).

O terceiro tipo de reação característica expansiva, descoberta por Swenson (1957) com características similares às descritas por Stanton (1940) é conhecida como reação álcali-carbonato, existente entre agregados de natureza dolimítica e álcalis do cimento.

Esta reação está presente em rochas carbonáticas, onde ocorre a desdolomitização do calcário e o enfraquecimento da ligação pasta-agregado, decorrente da reação entre dissoluções alcalinas e a dolomita. Hadley apud Kihara (1986) propôs o seguinte equacionamento:

 $\frac{\text{CaMg}(\text{CO}_{3})_{2}}{\text{Calcário}} \xrightarrow{+} 2\text{MOH} \xrightarrow{\longrightarrow} \frac{\text{Mg}(\text{OH})_{2}}{\text{Hidróxido alcalino}} \xrightarrow{+} \frac{\text{Ca}\text{CO}_{3}}{\text{Brucita}} \xrightarrow{+} \frac{\text{Ca}\text{CO}_{3}}{\text{Calcita}} \xrightarrow{+} \frac{\text{M}_{2}\text{CO}_{3}}{\text{Carbonato}}$ (5) dolomítico (M = Na, K ou Li)

Os produtos formados na equação (5) interagem novamente com o carbonato alcalino e o hidróxido de cálcio, regenerando o hidróxido alcalino:

$M_2CO_3$	+	$Ca(OH)_2$	$\rightarrow$	CaCO <sub>3</sub>	+	2MOH	(6)
Carbonato	-	Hidróxido de	-	Carbonato	_	Hidróxido alcalino	
alcalino		cálcio		de cálcio		regenerado	

Segundo Kihara (1986), nesta reação não ocorre a formação de um gel, sendo o mecanismo de expansão decorrente da combinação de dois fenômenos: a desdolomitização, que desestrutura a textura do calcário e a ocorrência de argilominerais (ilita) que beneficiam a desagregação do agregado.

1.2.2 Considerações sobre o gel da RAA

O termo gel é definido como uma substância gelatinosa, resultante da coagulação de um líquido coloidal (MICHAELIS, 2000).

A literatura da ciência dos materiais na engenharia civil utiliza este termo para identificar o produto esbranquiçado formado pela RAA nos poros do concreto, fissuras e interfaces pasta/agregado.

Este produto, de natureza sílico-alcalina se desenvolve continuamente no concreto, sendo assim, pode-se dizer que seu processo de formação desenvolve-se em diferentes estágios e em um deles o gel deixa de ser gelatinoso e torna-se sólido. A designação química mais adequada para o gel no estado solidificado é dada pelo termo xerogel (Figura 1.14).





Em função do emprego do termo xerogel nas áreas da física e química, relacionados a processos de sol-gel em sílica, optou-se pela adoção desta designação no desenvolvimento do trabalho em substituição aos termos comumente utilizados: gel e material esbranquiçado.

Outro ponto a ser abordado, relaciona-se a diversidade da composição química do xerogel da RAA. Na literatura, os intervalo dos teores químicos de álcalis (Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup>), cálcio e magnésio são muito variáveis ao passo que o percentual de sílica (SiO<sub>2</sub>) encontra-se num intervalo mais definido, conforme apresentado na Tabela 1.1.

	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	Referência
	12,9	-	53,9	2,9	0,6	Stanton (1942)
	14,9	5,2	61,7	0,6	0,0	ldorn (1961)
	1,2	0,4	51,4	29,9	10,0	Poole (1975)
	1.2	4,1	66,5	6,5	-	Baronio (1983)
	3,7	12,9	43,3	21,8	0,8	Mullick and Samuel (1986)
	2,53	16,8	60,9	0,7	0,2	
	2,46	17,0	60,3	1,1	0,2	Hosporyk (2006)
	3,79	19,2	54,6	0,9	0,0	пазратук (2000)
	4,77	15,6	61,1	0,3	0,0	
Intervalo	1,2-14,9	0,4-19,2	43,3-66,5	0,3-29,9	0,0-10,0	

Tabela 1.1: Composição química do gel da RAA (% massa)

Fonte: Taylor (1992). Adaptado.

Este comportamento químico do xerogel, possivelmente relaciona-se com a composição do agregado reativo e a forma de obtenção da amostra: exsudado (externo) ou nos poros do concreto (interno).

Os aspectos químicos da RAA no concreto ainda são obscuros na ciência dos materiais, sendo imprescindível o desenvolvimento de estudos científicos que possibilitem o esclarecimento do comportamento da reação do concreto.

## 1.3 Reações deletérias adversas no concreto: mecanismos químicos

#### 1.3.1 Reação de carbonatação

A reação de carbonatação (carbonização ou neutralização) é uma das patologias do concreto que se manifesta em condições semelhantes à RAA, uma vez que ambos os fenômenos desenvolvem-se em condições de umidade, possuem elementos químicos comuns e interagem nos poros do concreto.

A carbonatação é definida como um processo de neutralização da fase líquida intersticial do Ca(OH)<sub>2</sub> e outros compostos alcalinos hidratados da pasta de cimento pelo CO<sub>2</sub>, que para uma faixa de umidade<sup>3</sup>, precipita em carbonato de cálcio (SILVA, 2007).

O mecanismo de transporte do dióxido de carbono no interior do concreto se dá por difusão, de maneira lenta, combinando-se inicialmente com os álcalis livres e o hidróxido de cálcio, seguido do processo de formação do carbonato de cálcio. O Ca(OH)<sub>2</sub> caracteriza-se por ser um composto menos solúvel que os compostos alcalinos do cimento, encontrando-se nos poros na forma de cristais, enquanto os álcalis apresentam-se dissolvidos na forma de íons.

Segundo Gomes (2006) a ocorrência natural da carbonatação ocorre devido a solubilização do CO<sub>2</sub>, conforme apresentado na equação 7:

$$CO_2 + H_2O \leftrightarrow H_2CO_3 \leftrightarrow H^+ + HCO_3^- \leftrightarrow 2H^+ + CO_3^{-2}$$
 (7)

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Segundo SILVA (1958 apud VERBEC, 2007, p. 7) a carbonatação ocorre em faixas de umidade ideais de 50% a 75%, para valores menores que 25% a reação é incipiente e maiores que 75% a umidade restringe a penetração de CO<sub>2</sub>.

Secundariamente, os produtos formados interagem quimicamente com os álcalis e o hidróxido de cálcio, formando carbonatos alcalinos e de cálcio (equações 8 e 9):

$$2M + OH^{-} + HCO_{3}^{-} \rightarrow M_{2}CO_{3} + H_{2}O$$
(8)
(M = Na<sup>+</sup> ou K<sup>+</sup>)

$$Ca^{+} + OH + HCO_{3} \rightarrow CaCO_{3} + H_{2}O$$
<sup>(9)</sup>

A solubilidade do  $CaCO_3$  está relacionada à concentração de hidroxilas (OH<sup>-</sup>), de modo que a interação química inicial ocorre com os álcalis (NaOH e KOH) e posteriormente com o Ca(OH)<sub>2</sub>.

O comportamento comum da carbonatação é o da alteração do pH do concreto de 12,5 para valores inferiores a 9,0, ocasionado pelo consumo de hidroxilas, conforme mostrado nas equações 8 e 9.

Segundo Ramachandran et al. (2002) o carbonato de cálcio precipita nas paredes dos poros do concreto e a alteração do pH ocasiona eventuais interações químicas com os produtos de hidratação do cimento, tais como aluminatos, gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e sulfoaluminatos.

Silva (1992) apud Papadakis et al. (2007, p.11) cita que o processo de carbonatação não depende somente do hidróxido de cálcio, mas também do C-S-H que possui CaO. Taylor (1990) afirma que a reação de decomposição do C-S-H ocorre conjuntamente ao processo de carbonatação, sendo este fenômeno expresso na equação 10:

$$x CaO.SiO(aq) + z H_2O \rightarrow y Ca^{2+} + 2OH + (x-y) CaO.SiO(aq)$$
(10)  
(CaO.SiO(aq) = C-S-H)

Na Figura 1.15 é apresentado um esquema da reação de carbonatação no interior dos poros do concreto e a formação da frente de carbonatação indicada pelo pH:



Figura 1.15: Processo de carbonatação.

Fonte: Cascudo (1991 apud SPERT,2003). Adaptado.

É importante lembrar que o comportamento do pH possibilita uma distinção entre a carbonatação e reação álcali-agregado, já que na primeira se tem uma diminuição deste fator enquanto na segunda este permanece inalterado.

Na prática a determinação do pH no concreto pode ser facilmente realizada pelo uso dos indicadores químicos de pH: fenolftaleína, timolftaleína e amarelo de alizarina.

O uso destes indicadores no concreto identifica regiões mais alcalinas com colorações diferenciadas (Tabela 1.2) e nas menos alcalinas a incolor – fator determinante da profundidade de carbonatação (Figura 1.16).

Indicador de nH	Intervalo de viragem	Indicativo de cor		
	ácido/base	ácido	base	
Fenolftaleína	pH 8,0 – 9,8	violeta	Incolor	
Timolftaleína	pH 9,3 – 10,5	azul	Incolor	
Amarelo de alizarina GG	pH 10,0 – 12,0	amarelo escuro	Amarelo	
Amarelo de alizarina R	pH 10,1 -12,0	vermelho alaranjado	claro-	

Tabela 1.2: Indicadores de pH.

Fonte: <http://antoine.frostburg.edu/chem/senese/101/acidbase/indicators.shtml>. Acesso em: 22 jan. 2009.



Figura 1.16: Medida da profundidade de carbonatação - teste fenolftaleína. Fonte: Gomes (2006).

Os intervalos de mudança de cor (viragem) sugerem o uso da fenolftaleína como indicador favorável a determinação de valores de pH mais baixos, sendo usualmente o mais utilizado na avaliação da carbonatação por ter baixo custo, facilidade de uso e relativa precisão (SILVA, 2007).

É importante lembrar que o fenômeno de carbonatação não é perceptível a olho nu no concreto, sendo o teste de pH um indicador da frente de evolução da reação. Além disso, a reação também provoca efeitos de retração e melhora a capacidade resistiva no concreto. (AGUIAR, 2006; HELENE, 2003).

Segundo Aguiar (2006), a comprovação das áreas carbonatadas também pode ser feita por análises de difração de raios-X, análise térmica diferencial, termografia e observação microscópica.

Contudo o efeito deletério da carbonatação está associado ao efeito secundário da corrosão na armadura do concreto, gerando o aparecimento de manchas, fissuras, destacamentos do concreto e redução da seção resistente de maneira a promover o colapso de estruturas.

#### 1.3.2 Mecanismo de lixiviação e eflorescências

A lixiviação é um fenômeno decorrente da ação de águas puras<sup>4</sup>, carbônicas agressivas e ácidas que dissolvem e carreiam as cadeias de compostos hidratados do concreto.

Segundo Thomas (2008), a portlandita (Ca(OH)<sub>2</sub>) resultante do processo de hidratação do cimento é solúvel em água, sendo facilmente lixiviada por águas puras, cujo poder de dissolução é maior, devido ao baixo teor de sais solubilizados.

As eflorescências (Figura 1.17) são depósitos de sais carreados pelo mecanismo de lixiviação para fora do concreto, cristalizados pela evaporação da água de transporte ou pela interação química com o CO<sub>2</sub>, presente na atmosfera.

Os principais indícios de lixiviação são as formações de eflorescências, usualmente de carbonatos de cálcio, que podem apresentar retenção de fuligem e risco de formação de fungos e bactérias (HELENE, 2003b).

O carbonato de cálcio formado pela interação química do Ca(OH) com o CO<sub>2</sub> é caracterizado como uma eflorescência de cor esbranquiçada, sendo facilmente identificado com a aplicação de gotas de ácido clorídrico.

O mecanismo químico da identificação do carbonato de cálcio pela solução de HCI é mostrado na equação 11:

 $2HCl(aq) + CaCO_3(s) \rightarrow CaCl_2(aq) + H_2O + CO_2(g)$ <sup>(11)</sup>

A efervescência é ocasionada pela formação do dióxido de carbono, possibilitando a identificação do material lixiviado do concreto como um sal carbonático.

Uma das conseqüências da lixiviação no concreto é o aumento da sua porosidade e diminuição da resistência, possibilitando a ocorrência de outras manifestações patológicas que, como conseqüência, afeta a durabilidade das estruturas.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Oriunda da condensação de neblina ou vapor d' água são mais agressivas por conterem pouco ou nenhum íon cálcio que, em contato na pasta de cimento dissolvem os produtos contendo cálcio promovendo a lixiviação.



Figura 1.17: Depósitos de carbonato e formação de estalactites. a) Reservatório de Santa Efigênia - Curitiba/PR, b) Barragem dos Estados Unidos.
Fonte: <a href="http://www.altoqi.com.br">http://www.altoqi.com.br</a>>.Acesso em: 18 jan.2009.

Outro fator preponderante é a alteração no pH do concreto, decorrente da diminuição da alcalinidade do extrato aquoso dos poros superficiais no componente estrutural, ocasionando o risco de despassivação da armadura (HELENE, 2003b).

#### 1.3.3 Ataque por sulfatos

O ataque de sulfatos no concreto é um fenômeno químico provocado entre íons sulfatos (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) e compostos hidratados da pasta de cimento - principalmente hidróxido de cálcio e fases aluminatos - formando compostos de etringita e gipsita, que geram fissurações e degradações no concreto.

Os sulfatos são comumente encontrados em águas naturais, industriais e nos solos na forma de sulfatos de magnésio e alcalinos (REIS, 2001).

Segundo Aguiar (2006), os sulfatos podem ter origem nos próprios constituintes do concreto: água de amassamento, agregados e aglomerantes, ou no contato do concreto com o solo ou águas ricas com este agente agressivo. O autor ainda cita que a difusão iônica ou sucção capilar é a forma com que os sulfatos podem penetrar internamente no concreto.

Taylor (1990) diz que a interação química dos sulfatos (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e MgSO<sub>4</sub>)

dissolvidos em solução e as fases sólidas da pasta de cimento são obscuras, visto que as reações entre cátions e ânions são independentes, tendo como exemplo, o Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e MgSO<sub>4</sub> que podem causar ataque de sulfatos e fenômenos conjuntos da RAS e formação de brucita, respectivamente.

Segundo Taylor (1990), Mehta e Monteiro (2008) o hidróxido de cálcio e as fases no aglomerante que possuem alumina são os mais vulneráveis ao ataque por íons sulfatos.

A reação química dos sulfatos no concreto ocorre com o hidróxido de cálcio e os aluminatos. As fases aluminatos da pasta hidratada se apresentam na forma de monosulfatos hidratados,  $C_3A.CS.H_{18}$  e  $C_3A.CH.H_{18}$  (química do cimento<sup>5</sup>) que interagem de acordo com o teor de  $C_3S$ . Na interação química entre os íons sulfatos, o  $C_3(OH)_2$  e as fases aluminatos produzem a etringita ( $C_3A.3CS.H_{32}$ ), conforme apresentado nas equações 12 e 13:

$$C_{3}A.CH.H_{18} + 2CH + 3S \rightarrow C_{3}A.3CS.H_{32}$$
 (12)

$$C_{3}A.CS.H_{18} + 2CH + 2S + 12H \rightarrow C_{3}A.3CS.H_{32}$$
 (13)

A expansão da etringita pode ser ocasionada pelo crescimento de seus cristais ou pela adsorção de água em meio alcalino por uma etringita pouco cristalina (MEHTA; MONTEIRO, 2008).

A gipsita é outro produto formado pela reação dos íons sulfatos, sendo o processo de formação diferenciado da etringita, pois caracteriza-se por reduzir o pH do concreto, seguido de expansões e fissurações e conversão final do concreto em uma massa pastosa e não coesiva.

Segundo Mehta e Monteiro (2008), de acordo com o tipo de cátion associado à solução de sulfato (Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> ou Mg<sup>2+</sup>) tanto o hidróxido de cálcio quanto o C-S-H podem formar a gipsita, conforme apresentado nas equações 14, 15 e 16:

$$Na_2SO_4 + Ca(OH)_2 + 2H_2O \rightarrow CaSO_4.2H_2O + 2NaOH$$
(14)

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Na química do cimento, os compostos químicos de CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O são expressos respectivamente como: C, S, A,  $\bar{S}$ , H.

$$MgSO_4 + Ca(OH)_2 + 2H_2O \rightarrow CaSO_4.2H_2O + Mg(OH)_2$$
(15)

$$3MgSO_4 + 3CaO.2SiO_2.3H_2O + 8H_2O \rightarrow \rightarrow 3(CaSO_4.2H_2O) + \frac{3Mg(OH)_2}{Brucita} + 3SiO_2.H_2O$$
(16)

Os autores destacam que a reação com o sulfato de magnésio é mais severa ao concreto, pois na formação da gipsita também forma-se o Mg(OH)<sub>2</sub>, que é insolúvel e altera a alcalinidade do sistema, diminuindo o número de hidroxilas – pH~10,5 (LEA, 1970) – e afetando a estabilidade do C-S-H que acaba reagindo com sulfatos (eq. 16).

Na Figura 1.18 apresentam-se fissuras e alterações da rigidez de concretos atacados por sulfatos:



(a)

(b)

**Figura 1.18:** Reação com sulfatos. a) Fissuração na base de concreto da torre de rede elétrica, b) Degradação do concreto da Barragem Fort Peck (Montana), 1971 pela formação de gipsita – identificada por DRX.

Fonte: (a) Colepardi (1990), (b) Mehta e Monteiro (1994) apud Lima (2007).

A identificação laboratorial da ocorrência do ataque de sulfatos pode ser diagnosticada por técnicas de petrografia, difração de raios X e microanálises em MEV e EDS.

Na prática pode-se identificar um concreto atacado por sulfatos ou cloretos por alterações de coloração, fissurações e, em casos extremos, desagregação da massa do concreto (CÁNOVAS, 1988). 1.3.4 Ataque interno por sulfatos (etringita secundária)

O ataque interno por sulfatos ocorre da mesma forma que a reação deletéria apresentada no item 1.3.3, havendo a formação de etringita "secundária", ocasionada por íons sulfatos originários do próprio concreto (interno) ao invés de fontes externas.

O termo etringita secundária ou tardia está associado à formação de sulfatos internos à pasta de concreto endurecido em longas idades, enquanto que a primária refere-se a sua formação nas primeiras idades do concreto onde se iniciam as reações de hidratação da pasta.

Odler (1997, apud ARMANGE, 2005) usa o termo etringita externa quando o processo de formação é ocasionado pela migração externa de íons sulfatos ao concreto, decorrentes do ataque convencional de sulfatos.

Segundo Ramachandran et al. (2002) o ataque interno por sulfatos é comumente encontrado em concretos curados à vapor em fábricas de pré-moldados. A formação da etringita, neste caso, é atribuída à transformação de monosulfoaluminatos em etringita quando a cura a vapor é seguida por uma cura normal a longas idades.

Os autores ainda afirmam que os cristais de etringita estão usualmente presentes em fissuras, poros e regiões de interface pasta/agregado, causando expansões e fissurações no concreto.

Diversos autores citam a formação de etringita secundária em concretos afetados pela reação álcali-sílica.

Pettifier e Nixon (1980, apud HELMUTH,1993) identificaram ocorrências simultâneas das reações de sulfatos e RAS em diversas amostras de concreto, sugerindo que a formação da etringita provoca o aumento do nível de hidroxilas na solução dos poros do concreto, de forma a inicializar ou facilitar a ocorrência da RAS.

Poole (2003) cita a formação da etringita secundária em geles da RAS e em regiões fissuradas de concretos afetados, indicando um nível da reação mais avançada. O

autor ainda supõe que o transporte dos íons sulfatos se dá pela água que hidrata o gel da RAS, proporcionando o desenvolvimento e crescimento dos cristais de etringita.

Hasparyk (2005) observou em estudos do gel da RAA em testemunhos de concretos da UHE Furnas, formações etringita secundária nos poros do concreto em microanálises.

Owsiak (2003) identificou em estudos acelerados em barras de argamassa (ASTM C-1260) compostas com cimentos diversificados, a formação de etringita em poros do concreto e regiões fissuradas sem alterações nos níveis de sulfatos da amostra.

A sobreposição dos fenômenos patológicos mostra que o concreto possui interações químicas ainda obscuras, tornando imprescindíveis pesquisas científicas em nível químico e microestrutural para um melhor entendimento destas manifestações.

#### 1.3.5 Reações envolvendo sulfatos e carbonatos

A composição das reações de ataque de sulfatos e carbonatação podem formar um composto de sulfocarbonato de cálcio e sílica hidratada, chamado de taumasita  $(CaSi(OH)_6 (SO_4) (CO_3).12H_2O)$ .

Segundo Taylor (1992), a estrutura cristalina e a morfologia da taumasita é semelhante à etringita e sua formação causa enfraquecimento e fissuração no concreto ou argamassa.

A formação deste composto, ocorre pela decomposição de silicatos hidratados (C-S-H) em condições de baixa temperatura (4°C) e umidade (FERREIRA, 2000; RAMACHANDRAN, 2002; TAYLOR, 1992), sendo sua ocorrência no concreto constatada por análise térmica diferencial (DTA) e análise termogravimétrica (TG) (RAMACHANDRAN, 2002).

#### 1.4 Sintomatologias das reações deletérias do concreto

A sintomatologia refere-se à avaliação das manifestações patológicas a partir dos sintomas observados em estruturas degradadas. No concreto, os sinais observados podem indicar as causas decorrentes de fissurações, expansões, fraturas, mudanças de coloração, eflorescências e desagregações.

É importante lembrar que as causas das manifestações no concreto podem decorrer de deficiências de projeto, execução, uso, manutenção e falta de estudos preliminares dos materiais constituintes do concreto de acordo com o ambiente de exposição da estrutura.

No tocante a patologias relacionadas à RAA, sabe-se que as fissuras são os sintomas mais comuns aos fenômenos de carbonatação e ao ataque de sulfatos. A diferenciação pode ser realizada em função do conjunto de distúrbios internos e superficiais observados no concreto.

Um auxílio para a constatação das patologias em campo é o emprego de agentes químicos tonificantes. Usualmente se emprega a fenolftaleína (item 1.3.1), possibilitando um diagnóstico inicial da carbonatação e o kit colorimétrico (cobaltonitrito e rodamina) que fornece indícios da RAA.

Na Figura 1.19 são apresentados sintomas individuais e comuns entre as patologias:



Figura 1.19: Sintomatologia das reações

O diagnóstico de manifestações patológicas nas inspeções visuais possibilita a avaliação inicial do concreto, contudo tornam-se necessários ensaios laboratoriais específicos no concreto para possibilitar um parecer mais preciso do tipo de agente agressivo envolvido.

Além disso, podem ocorrer reações deletérias simultâneas ou seqüenciais, pois as estruturas químicas envolvidas nas reações são semelhantes e como os fenômenos ocorrem em condições de umidade, uma vez instaurado um processo de fissuração, outros agentes agressivos podem atuar secundariamente.

Na Tabela 1.3 seguem os elementos químicos envolvidos nas reações deletérias atuantes no concreto e os ensaios usualmente empregados nos diagnósticos definitivos:

	Patologia	RAS	Carbonatação	Lixiviação	Ataq. sulfatos
	Agentes químicos	Na⁺, K⁺, Ca²+, SiO⁻	Na⁺, K⁺, Si, Ca²+ , HCO₃⁻		Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Si, Ca <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
ELEVANTES	Reação conjunta	C <sub>3</sub> A.3CS.H <sub>32</sub> (etringita secundária)	C-S-H (silicatos hidratados)		C-S-H e RAA
	Produto formado*	SiONa [e]	iONa CaCO <sub>3</sub> [e] [i]		C <sub>3</sub> A.3CS.H <sub>32</sub> / CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O [e]
SOS R	рН	Inalterado	< 9,0		~10,5 (formação de gipsita)
NIMIC	Origem dos reagentes	Água+Materiais constituintes	Ar (CO <sub>2</sub> )+Produto do conc	os hidratados reto	Água+Solos+Materiais constituintes
TOS C	Ambiente favorável	Úmido	Umidade (50% a 75%)	Úmido	Úmido
<b>VSPEC</b>	Interação	Agregado/ Cimento/Ambiente	Ambiente/ Concreto		Ambiente/ Concreto
	Ocorrência da reação	Poros e interface pasta/agregado	Poros do concreto		Poros, pasta e interface pasta/agregado
IOS LABORATORIAIS	Visualização microscópica Preenchimento dos poros, bordas de reação nos agregados		Sem constataçã do concreto (ca	o nos poros rbonatação)	Verificação da presença de etringita
	Petrografia	Minerais reativos/Poros do concreto/fissurações em pasta e argamassa	n/c		Verificação da presença de etringita
	DRX	Verificação de compostos cristalinos presentes no gel.	Confirmação da presença de carbonatos de cálcio (cristalino)		Verificação de presença de etringita e gipsita
ENSA	Confirmação morfológica e química do gel e outras estruturas nos poros e interface do concreto		Confirmação morfológica e química de carbonatos nos poros do concreto		Confirmação morfológica e química da etringita ou gipsita.

 Tabela 1.3: Agentes químicos atuantes e sintomatologia em análises laboratoriais.

\*Condição: expansivo[e] e indiferente [i] n/c: não consta registro bibliográfico sobre o assunto

# Capítulo

# MÉTODO QUALITATIVO PARA AVALIAÇÃO DA RAA EM CAMPO

Os métodos laboratoriais de caracterização da RAA possibilitam verificar a presença da reação no concreto e a potencialidade reativa do agregado. Na prática, pode-se verificar a presença da reação numa estrutura afetada, de maneira imediata por meio de métodos qualitativos, constituídos por reagentes químicos que formam colorações características nas regiões afetadas do concreto. Neste capítulo são abordados estes métodos, em especial o método da mancha (geoquímico), destacando-se os princípios e benefícios que propiciaram a sua escolha no desenvolvimento deste trabalho.

#### 2.1 Método do acetato de uranila ou método Cornell

O método do acetato de uranila, desenvolvido por Natesaiyer e Hover em 1988 e normalizado pela ASTM C-856, foi uma importante contribuição prática para a identificação da RAA in situ, possibilitando um diagnóstico imediato da reação em estruturas afetadas.

O princípio do método baseia-se na identificação do xerogel da RAA pelo íon uranila, que em função de sua propriedade de fluorescência na presença de luz ultravioleta, forma colorações amarelo-esverdeadas nas regiões afetadas do concreto.Segundo Natesaiyer e Hover (1989) os íons uranila ( $UO_2^{2^+}$ ) substituem previamente os íons

Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> e Ca<sup>2+</sup> existentes na composição do xerogel, proporcionado fases reluzentes em grandes áreas superficiais, geradas por numerosas adsorções<sup>6</sup> locais.

Os autores ainda afirmam que os produtos da RAA são exclusivamente identificados pelos íons uranila adsorvidos, não sendo observadas fluorescências das fases de hidratação do cimento.

Natesaiyer e Hover (1988) citam 3 fatores preponderantes que favorecem o uso da uranila: troca na adsorção com produtos da RAA, sorpção<sup>7</sup> rápida do íon (5 min) e suas propriedades de fluorescência.

Na prática, o método utiliza o acetato de uranila  $[UO_2(C_2H_3O_2)_2]$  na superfície do concreto afetado, que adsorve a uranila para troca negativa com o xerogel. A visualização nas regiões do concreto afetadas pela RAA sob a luz ultravioleta é apresentada na Figura 2.1.



Figura 2.1: Amostra submetida ao tratamento com acetato de uranila Fonte: Powers (1999).

Powers (1999) cita as dificuldades de interpretação visual de amostras impregnadas com acetato de uranila, pois a coloração característica da RAS também pode ser observada em regiões carbonatadas e em depósitos secundários de etringita.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Adsorção é a adesão de moléculas de um fluido a uma superfície sólida. Neste caso, por ação química (quimissorção) as moléculas unem-se por ligações covalentes, acomodando-se em sítios que propiciem o maior numero de coordenação possível com o substrato.

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup> Sorpção é o fenômeno de absorção e adsorção em líquidos (PHILLIPS, 1993 apud HEN, 2001)

A autora ainda cita a necessidade de conhecimento e experiência visual do operador neste método, sendo necessárias análises petrográficas e exames físico-químicos complementares para identificar a RAA.

Outro fator a ser considerado refere-se aos perigos causados pela radiação do composto de uranila. Segundo dados da Companhia Ambiental do Estado de São Paulo-CETESB (2009), o acetato de uranila não apresenta perigo por irradiação direta, sendo sua periculosidade provocada a curto e longo prazo em casos de contato direto, respiração e ingestão.

Guthrie e Carey (1997) também citam as dificuldades deste método quanto aos problemas causados pela exposição do operador com soluções contendo urânio radioativo e a necessidade de destinação do resíduo formado.

#### 2.2 Método do sulfato de cupramônio

O método do sulfato de cupramônio, desenvolvido por Poole, MacLachlan e Ellis (1987), é uma técnica colorimétrica que avalia a reatividade de agregados e concretos pela identificação visual de colorações azuladas nas regiões que possuam formações do gel da RAA.

Estes pesquisadores realizaram estudos laboratoriais em agregados contendo minerais de chert e opala, produzindo um gel em laboratório, a partir da aplicação de compostos de sulfato de cupramônio e ácido clorídrico em agregados moídos, e estimando o volume de gel presente nas amostras em função da intensidade de cor azul absorvida por um espectrofotômetro.

A reação química do sulfato de cupramônio em amostras de agregado e concreto ocorre em condições específicas de ensaio, sendo que o composto participa como um componente alcalino da RAA, incorporando os íons cobre no gel da reação (POOLE; MACLACHLAN; ELLIS, 1987). A formação da cor azul no gel ocorre pela aplicação secundária da amônia nas amostras, ocasionando na recomposição do sulfato de cupramônio (equação 17):

$$CuSO_4 + 4NH_3 + H_2O \rightarrow Cu(NH_3)_4SO_4.H_2O (azul)$$
<sup>(17)</sup>

Na prática, este método não proporciona uma coloração distinta das regiões afetadas pela RAA, tornando difícil o diagnóstico da reação no concreto (BENNETT, 2004; POOLE, 1992).

Poucas são as bibliografias que citam a aplicação desta metodologia na avaliação da RAA, sendo claramente apresentada como uma técnica laboratorial que estima o grau de reatividade do agregado.

#### 2.3 Método colorimétrico ou método da mancha

# 2.3.1 Método colorimétrico de identificação de certos minerais em rochas

O método colorimétrico aplicado na identificação da RAA em amostras de concreto teve seu embasamento na técnica desenvolvida por Gabriel e Cox (1929), a qual quantificava os feldspatos potássicos em rochas pela aplicação de uma solução saturada de cobaltonitrito de sódio [NaCo(NO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>] em amostras moídas de agregados condicionados em lâminas de contagem microscópica.

Nesta metodologia, os feldspatos de potássio eram distinguidos pela formação do precipitado amarelado, enquanto os demais minerais apresentavam-se incolores (quartzo), brancos (plagioclásios ou micas - biotitas) ou pretos (micas - muscovitas), quando observados na luz transmitida via microscopia ótica.

Esta técnica foi mais tarde aprimorada por Bailey e Stevens (1960) com a adição de reagentes químicos de cloreto de bário e rodizonato de potássio, que formavam o rodizonato de bário nos plagioclásios, identificando-os pela cor avermelhada e, distinguindo as regiões com feldspatos de potássio de cor amarela.

Lanis, Stevens e Normam (1964, apud MCMOONIGLE,2007) propuseram como segundo reagente o composto de Amarante [C<sub>20</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>10</sub>S<sub>3</sub>], tendo em vista a melhor distinção dos plagioclásios nas amostras de agregado, sendo atualmente

uma das técnicas usualmente empregadas no estudo dos feldspatos de potássio. Na Figura 2.2 é ilustrada a ação dos agentes tonificantes em uma amostra.



Figura 2.2: Determinação de potássio da rocha de granodiorito. a) rocha natural, b) Detecção do feldspato de potássio (amarelo) e plagioclásio (vermelho) Fonte: McMonigle (2007).

Diversos pesquisadores (BAILEY; STEVENS, 1960; GABRIEL; COX, 1929; MCMONIGLE, 2007) citam a necessidade do uso do ácido fluorídrico no processo de preparação das amostras de maneira a tornar a superfície susceptível aos reagentes.

Segundo McMonigle (2007), a molécula de HF ataca o Si-O, quebrando-a em O-H e Si-F, e liberando os íons de cálcio (plagioclásio) e potássio (k-feldspatos). A camada de silicato estruturada é quebrada (primeiro plano), havendo outras camadas do mineral.

É importante lembrar que o processo de coloração pelo cobaltonitrito de sódio, ocorre pela interação do potássio exposto com o  $Co(NO_2)^{3-6}$ , cujo produto formado é um precipitado amarelado de cobaltonitrito de potássio. O processo químico de formação do composto será descrito detalhadamente no item 2.3.2.1.

No caso de outros regentes como o amarante, quimicamente designado como um álcool, ocorre a perda de hidrogênio do composto, tornando-se uma cetona, cujos elétrons conjuntos com o átomo de nitrogênio interagem com o cálcio dos minerais da classe plagioclase. Desde que o íon de cálcio esteja embebido com a cadeia de silicato, a molécula de amarante forma um precipitado vermelho na face do mineral plagioclásio.

#### 2.3.2 Método colorimétrico de identificação da RAS

Uma das técnicas de identificação rápida da reação álcali-sílica é conhecida como método da mancha, colorimétrico ou geoquímico, comumente empregado em ensaios de campo ou laboratoriais, uma vez que possibilita uma constatação visual da reação.



Figura 2.3: Teste colorimétrico em concreto afetado pela RAA, seqüência de impregnação:
1) Solução Na-cobaltonitrito, 2) Solução rodamina B base e 3) Constatação da RAA
Fonte: Acervo Companhia Energética de São Paulo- CESP (2005).

Desenvolvido pelos pesquisadores Guthrie e Carey em 1996, este método baseia-se na identificação de potássio e cálcio associados ao xerogel da RAS, empregando-se reagentes químicos tonificantes que identificam regiões afetadas do concreto com colorações amarelada e rósea, respectivamente.

O termo geoquímico também designado ao método enfatiza o conceito de que o mesmo baseia-se nas características geoquímicas do xerogel, variável em função das propriedades dos agregados constituintes do concreto: tipos de átomos presentes (composição química) e arranjo atômico estrutural.

Estudos de Guthrie e Carey (1997), em amostras de concreto do Novo México afetadas pela RAA, indicaram o potássio como cátion alcalino dominante nas microanálises por EDS do xerogel. Em contrapartida, o silicato de cálcio hidratado produzido nas fases de hidratação do cimento não continha quantidade considerável de potássio. A presença do cálcio também foi comumente notada em análises do xerogel da RAS e C-S-H.

O mecanismo químico de identificação dos reagentes químicos empregados, seu comportamento em regiões afetadas pela RAA e a forma de identificação visual da reação no concreto são imprescindíveis para o entendimento deste método, sendo sucintamente detalhado nos itens a seguir.

#### 2.3.2.1 Reagente 1: cobaltonitrito de sódio

Assim como citado no item 2.3.1, a origem do uso do cobaltonitrito de sódio como reagente colorimétrico advém da ciência geológica de identificação de potássio em rochas feldspáticas.

Este composto é comumente conhecido em análises químicas para determinação do potássio contido em soluções, sendo a identificação decorrente da formação de um precipitado amarelo no gel da RAA.

Na reação química do reagente no concreto ocorre a interação do mesmo com íons potássio presentes no gel da RAA, resultando na formação cobaltonitrito de potássio (precipitado amarelo). O equacionamento químico é mostrado nas equações 18 e 19:

$$Na_{3}[Co(NO_{2})_{6}] + 3K^{+} \rightarrow K_{3}[Co(NO_{2})_{6}] \checkmark + 3Na^{+}$$

$$\tag{18}$$

$$Na_{3}[Co(NO_{2})_{6}] + 2K^{+} \rightarrow K_{2}Na[Co(NO_{2})_{6}] \checkmark + 2Na^{+}$$

$$\tag{19}$$

A composição do precipitado pode variar entre  $K_2Na[Co(NO_2)_6]$  e  $K_3[Co(NO_2)_6]$ , dependendo da concentração dos íons sódio na amostra e da temperatura no caso do estudo de soluções.

Segundo Vogel (1981), em alguns casos podem ocorrer o aparecimento de diferentes colorações em soluções com reagentes de cobalto. Um destes casos

ocorre quando a dissociação do cobalto em solução é impedida, tornando-se gradualmente azul. Um segundo tipo de comportamento é a formação da coloração rósea, decorrente do excesso de álcalis em solução e a última é a formação da cor marrom-escura decorrente da interação de Co(OH)<sub>2</sub> com o ar.

As reações químicas envolvidas são mostradas nas equações 20, 21 e 22:

$$Co^{+2} + OH^{-} + NO_{3}^{-} \rightarrow Co(OH)NO_{3} \checkmark (azul)$$
 (20)

$$Co(OH) NO_3 + OH \rightarrow Co(OH)_2 \checkmark (rosa) + NO_3^-$$
 (21)

$$4 Co(OH)_2 \checkmark + O_2 + H_2 O \rightarrow 4 Co(OH)_3 \checkmark (marrom \ escuro)$$
(22)

No concreto afetado pela RAA este reagente identifica a melhor perspectiva de visualização do gel da reação rico em potássio, sendo o precipitado amarelado localizado ao redor dos agregados e nos vazios na massa de concreto.

Estudos realizados por Guthrie e Carey (1997) mostraram em concretos afetados pela reação, a notória impregnação do reagente resultando colorações amareladas em regiões com o xerogel da reação. As análises petrográficas identificaram regiões impregnadas, associadas aos agregados reativos, fraturas e poros contendo xerogel. Notou-se também a alteração da cor característica do gel nos poros, passando de branco/translúcido à amarelo.

Estes pesquisadores ainda realizaram microanálises por MEV/EDS no xerogel da RAA impregnado com o reagente tonificante, confirmando a presença de potássio suficiente para causar a fixação do cobalto. Apresenta-se na Figura 2.4 a microanálise por EDS do gel, indicando a predominância de sílica, potássio e cálcio, e em menor quantidade, cobalto (reagente), alumínio e sódio.



Figura 2.4: Análise por EDS do gel impregnado com cobaltonitrito de sódio Fonte: Guthrie e Carey (1997).

Outra observação importante foi a possível correlação entre a extensão da reação no concreto e a quantidade da coloração amarelada, proporcionando rapidez na estimativa da extensão da RAA. A severidade da reação se torna evidente na quantidade de grãos reativos afetados, no desenvolvimento da reação em um grão isolado (profundidade de penetração da coloração), pelo número de poros preenchidos e pela penetração da cor na matriz da pasta (GUTHRIE; CAREY,1997).

Em estudos subseqüentes de Guthrie e Carey (1999), foram realizadas algumas considerações à pasta de cimento, sendo identificado baixas concentrações de potássio, ocasionando presença irrisória do produto amarelado nestas regiões (Figura 2.5a). Contudo, a distribuição do precipitado amarelo no concreto foi evidente nas bordas e internamente aos agregados (Figura 2.5b).

Os autores ainda sugerem, em alguns casos, a associação das frentes de progressão da reação em regiões distintas do agregado.



Figura 2.5: Coloração cobaltonitrito de sódio no concreto afetado pela RAA. a) Argamassa e b) Bordas de reação no agregado Fonte: Guthrie e Carey (1999).

É importante lembrar que os falsos positivos são incomuns nesta técnica, pois apenas materiais que podem realizar trocas catiônicas com o potássio é que se tornam amarelados. A ação do reagente nas rochas comumente formadas por minerais como feldspatos, micas e ilitas permanece negativa (sem coloração), contudo em minerais pouco comuns, como a smectita e zeolitas ricas em potássio, o comportamento pode ser positivo.

Ainda não se tem registro de critérios de avaliação do comportamento de coloração do cobaltonitrito de sódio com o grau de degradação em estruturas de concreto. Contudo, Powers (1999) cita a inviabilidade da adoção de critérios de degradação no método da mancha, visto que supostamente o gel da RAA poderia migrar da área que foi produzido e concentrar-se em superfícies ou fraturas do concreto e assim a superfície tonalizada pode ser exagerada, afetando na avaliação da deteriorização da amostra.

#### 2.3.2.2 Reagente 2: rodamina B base

A superfície do concreto tratada com o reagente 1 possibilita uma identificação inicial do gel da reação, sendo contudo necessário empregar um segundo reagente para facilitar a distinção das regiões de interesse a serem observadas.

O segundo reagente empregado no concreto é um corante - rodamina B base, cuja interação química ocorre com as porções ricas em cálcio presentes no gel e, em alguns compostos existentes na pasta do concreto, tonificando-as com a coloração rósea.

O aspecto visual obtido com este reagente gera um alto contraste na amostra já impregnada com o reagente 1, possibilitando uma melhor avaliação visual das regiões de interesse, anteriormente identificadas (Figura 2.6a). Outras regiões que possuem Ca<sup>+</sup> também podem ser identificadas com a cor rosa, conforme observado na Figura 2.6b.



Figura 2.6: Coloração rósea da rodamina B base no concreto afetado pela RAA a) Distinção de regiões com reação, b) Coloração em regiões não afetadas pela reação. Fonte: Guthrie e Carey (1999).

Estudos realizados por Guthrie e Carey (1999), com componentes rodaminícos em amostras deterioradas de concreto, resultaram na escolha da rodamina B base como reagente ideal. Os compostos avaliados foram a rodamina 6G, B e B base, indicando a rodamina B base como reagente de identificação menos agressivo que a rodamina 6G e B, impregnando as regiões deterioradas e permitindo uma melhor distinção da RAA no concreto.

Estes autores ainda afirmaram que todos os compostos rodamínicos impregnam regiões do concreto não afetados pela reação (Figura 2.6b), sendo que em alguns casos o concreto pode não conter a reação, porém apresentaria alguns sinais de deterioração suscetíveis aos compostos rodamínicos. Nestes casos, a coloração estaria associada com regiões de carbonatação, zonas generalizadas da pasta degradada e regiões semipermeáveis.

Estudos realizados por Guthrie e Carey (1999) permitiram verificar a presença do Reagente 2 em amostras de concreto afetadas pela RAA, identificando em regiões impregnadas teores de cálcio e sílica preponderantes e menores porções de potássio e sódio (Figura 2.7).



Figura 2.7: Análise por EDS do gel impregnado com rodamina B base Fonte: Guthrie e Carey (1997).

Nestes estudos pode-se constatar, com base em observações petrográficas, que o gel róseo testado com os reagentes colorimétricos foi derivado da impregnação conjunta dos dois produtos químicos. Além disso, concluiu-se que a coloração rósea teria sido formada diretamente do gel rico em álcalis, na lixiviação dos álcalis na pasta, pela reação com a pasta de cimento ou por outros componentes químicos presentes nas fissuras (possivelmente o CO<sub>2</sub>).

# 2.4 Comparativo: método da mancha e demais métodos colorimétricos

O método da mancha apresenta diversas facilidades em relação aos métodos de acetato de uranila e sulfato de cupramônio, a destacar:

- Possui melhor distinção do xerogel em relação às demais metodologias, tanto a olho nu quanto em análises por microscopia (petrografia);
- Apresenta maior potencial de aplicação em campo, em relação ao método de sulfato de cupramônio;
- Permite melhor identificação dos produtos da reação, da litologia do agregado e a morfologia do concreto, diferentemente do íon uranila, que requer luz UV e

completa escuridão para visualização das cores identificadas, no método da mancha

- Torna desnecessário o uso de materiais radioativos (urânio); e
- Pode ser aplicado diretamente em estruturas afetadas, possibilitando um diagnóstico local da presença da RAA.

Apresenta-se na Tabela 2.1 um resumo dos métodos colorimétricos abordados e os diferentes diagnósticos de coloração.

Método colorimétrico	Preparo da amostra	Resumo do ensaio	Análise visual
Acetato de Uranila (Cornell)	Lâminas finas, moída,fratura ou quebra superficial	15min imerso em 10% acetato de uranila 1,5% ácido acético, lavar em água.	Luz UV à 240nm - cor amarelo-esverdeado fluorescente (gel da RAA)
Sulfato de Cupramônio	Lâminas finas, moída ou fraturada	72h de absorção em 4M de sulfato de cupramônio, lavar em água.	Gel exsudado em poros e fissuras torna-se azul.
Mancha ou Geoquímico	Fraturada ou quebra superficial	1min solução saturada de Na-cobaltonitrito, lavagem água, aplicar rodamina B base(1min), lavar em água	Cor amarela clara no xerogel alcalino da RAA; cor rosa da rodamina no xerogel rico em cálcio e regiões da pasta.

**Tabela 2.1:** Métodos colorimétricos de identificação da RAA.



### PROGRAMA DE ENSAIOS

O programa experimental abordou a caracterização do xerogel presente nos testemunhos de concreto afetados pela reação álcali-agregado, a caracterização físico-quimica dos agregados, os ensaios de reatividade potencial, as análises por microscopia ótica, petrográfica, microanálises por MEV/EDS em argamassas e concretos e os testes qualitativos pelo método da mancha nos materiais estudados.

#### 3.1 Ensaios de avaliação da RAA

Os ensaios realizados neste trabalho atenderam a seqüência e abrangência mostradas no fluxograma da Figura 3.1:



Figura 3.1: Esquema dos ensaios desenvolvidos na pesquisa.

Nos itens a seguir seguem apresentados os procedimentos específicos empregados em cada etapa do trabalho.

#### 3.2 Análise do xerogel da RAA em testemunhos extraídos

O estudo em testemunhos de concreto afetados pela RAA teve por objetivo identificar zonas de interface e poros preenchidos com material esbranquiçado, conhecido como "gel" da reação. Na Tabela 3.1, seguem apresentados os materiais analisados:

Litologia	Sigla	Procedência	Observações
Cronito	T1.1	Jacareí-SP	Material exsudado
Granito	T1.2	Paulo Afonso-BA	
Basalto	T2	Guadalupe-PI	Testemunhos extraídos
Seixo	Т3	Petrolândia-PE	

Tabela 3.1: Materiais estudados

A amostra T1.1, diferente das demais amostras, se refere a um material esbranquiçado coletado na superfície do concreto da saída da Tomada D'Água da UHE Jaguari-SP (Figura 3.2).



Figura 3.2: UHE Jaguari - SP. a) Material branco na superfície do concreto, b) Local de coleta do material – saída da Tomada D` Água.

Os testemunhos extraídos de concreto foram inicialmente acondicionados em câmara úmida, de forma a ativar a estrutura já formada do xerogel da RAA existente nas misturas.

No processo de separação do suposto xerogel formado, foram realizadas quebras dos testemunhos em fragmentos menores por meio de equipamento de compressão (ruptura diametral) e martelete. Na etapa seguinte, o xerogel, presente nos poros do concreto, foi extraído com uma espátula metálica e separado numa cápsula de vidro.

A amostra do xerogel coletado possuía contaminação com fragmentos de agregados e pasta do concreto. Sendo assim, realizou-se uma triagem da amostra com pinça metálica no microscópio estereoscópico na ampliação de 12x - garantindo uma melhor confiabilidade nas análises a serem realizadas.



O xerogel coletado de cada testemunho foi submetido à análise físico-química e a observação em microscópio estereoscópico, conforme apresentado na Figura 3.6.



Figura 3.6: Análises realizadas nos xerogéis da RAA

As análises químicas dos xerogéis constaram de análises por absorção atômica (AA), análises gravimétricas e microanálise por EDS. No ensaio de perda ao fogo destes materiais, foi realizado um pré-aquecimento das amostras na temperatura de 100 °C por 30 min, de maneira a evitar possíveis discrepâncias no desenvolvimento deste ensaio.

Nos testemunhos de concreto afetado também foram realizadas análises por AA na argamassa e no agregado constituinte. No primeiro efetuou-se a determinação do teor de álcalis solúveis e totais e, no segundo realizou-se a análise química de alguns constituintes, além da caracterização por DRX. Nestas análises, tomou-se o

cuidado de separar o agregado da argamassa, de maneira a analisá-los separadamente e facilitar a interpretação dos resultados.

#### 3.3 Ensaios de reatividade potencial em agregados

#### 3.3.1 Agregados

Foram utilizados 5 agregados graúdos de diferentes procedências e formações litológicas e o agregado miúdo padrão IPT. Apresenta-se na Tabela 3.2 a descrição dos materiais estudados.

Litologia	Sigla	Procedência	Observações
Granito	G2	Pimenta Bueno - RO	
	G3	São Paulo- SP	
Basalto	B1	Andradina - SP	Agregado Graúdo
	B2	Caçu - GO	
Seixo	S1	Rio Paraná - SP	
Areia	M2	Rio Tietê – SP	Padrão IPT Agregado miúdo

Tabela 3.2: Relação dos agregados utilizados na pesquisa.

#### 3.3.2 Aglomerante

O material cimentício empregado nos ensaios foi o cimento padrão ABCP, o qual possuía características físico-quimicas condizente com os parâmetros prescritos na NBR 15577-4 (ABNT, 2008).

#### 3.3.3 Ensaios de caracterização físico-química

Os ensaios realizados buscaram avaliar as características físico-químicas dos materiais e mineralógicas dos agregados, sendo apresentados resumidamente na Figura 3.7:

#### AGREGADOS



#### Cimento Padrão ABCP

Caracterização química: Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Álcalis solúveis e total.
 Caracterização física: Finura blaine, Auto-clave e Massa específica.

Figura 3.7: Resumo dos ensaios realizados com os materiais.

A caracterização físico-química do agregado permitiu estimar a parcela existente de cada componente que participa da reação e identificar os minerais que viessem a ser identificados no teste da mancha, de forma a se evitar falsos positivos.

Os ensaios no material cimentício foram realizados na ABCP – Associação Brasileira de Cimento Portland, fornecedora do cimento padrão para os ensaios, sendo

abordados alguns ensaios convencionais de caracterização físico-química: superfície específica e auto-clave<sup>8</sup>, cujas interferências afetam notadamente a análise das expansões (SALLES et al., 2007).

Os demais ensaios físico-químicos foram desenvolvidos no LCEC - Laboratório CESP de Engenharia Civil, de acordo com os padrões normativos vigentes. As análises com DRX foram realizadas com auxílio do grupo de polímeros do Departamento de Física e Química (DFQ) da UNESP em Ilha Solteira-SP.

#### 3.3.3.1 Ensaio de Difração de raios X (DRX)

A análise de difratometria por raios X objetivou a identificação das fases cristalinas dos constituintes dos materiais, tais como componentes minerais dos agregados e a composição dos xerogéis extraídos do interior dos concretos.

As análises de DRX foram realizadas no DFQ-UNESP Ilha Solteira-SP, utilizando o difratômetro de raios X SHIMADZU, modelo XRD 6000 com radiação Cu Kα.

As amostras foram preparadas em almofariz cerâmico (agregados) e de ágata (xerogel), separadas em frascos, identificadas e posteriormente acondicionadas no amostrador do equipamento pela pressão manual com uma espátula.

No difratômetro de raios-X foi utilizado o intervalo de varredura de 5 a 75 graus, com passo de 0,02 graus e velocidade de  $1^{0}$ /min.

Na análise por difração foi possível determinar os compostos existentes nas amostras, pela interpretação dos diagramas de difração, também chamados de difratogramas – construídos a partir dos dados de intensidade *x* ângulo de difração.

O tratamento dos difratogramas foi realizado pelo software Crystallographica Search-Match, comparando-se as fichas cristalográficas conhecidas com as das amostras em estudo, facilitando a identificação dos compostos, visto o grande número de fases cristalinas presentes nas amostras.

A ilustração dos procedimentos adotados segue apresentada nas Figuras 3.8 a 3.11:

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup>O ensaio de auto-clave determina a expansão do cimento causada pela hidratação de CaO ou MgO ou ambos.


# 3.3.4 Análise petrográfica de agregados naturais NBR 15577-3

A análise petrográfica dos agregados foi realizada na ABCP, seguindo as prescrições normativas da NBR 15577-3 e efetuando-se a visualização das amostras por técnicas microscópicas para se determinar as características mineralógicas dos agregados.

O diagnóstico do agregado quanto a sua reatividade também foi feito em função da presença de minerais reativos e a avaliação do ângulo de extinção ondulante identificado no quartzo tensionado via microscopia de luz polarizada, de acordo com o procedimento descrito por Mantuani (1983 apud WEST 1996, p. 29-32). Na Figura 3.12 segue esquematizada a determinação do ângulo de extinção ondulante em microscópio petrográfico.



**Figura 3.12:** Análise petrográfica. a) Detalhe do microscópio petrográfico – objetivas (1) e mesa giratória (2); b) Determinação do ângulo de extinção ondulante (undulatory extinction - UE) na mesa giratória (MANTUANI, 1981 apud POOLE, 1992, p. 12).

## 3.3.5 Ensaios de expansão em barras de argamassa (NBR 15577-4)

O ensaio acelerado em barras de argamassa foi realizado para a determinação da propensão dos agregados estudados à reação álcali-agregado.

Os agregados foram inicialmente preparados por meio da britagem em britador de facas, seguindo da separação nas faixas granulométricas (Tabela 3.3), lavagem e secagem em estufa por  $24 \pm 2h$ .

Abertura da NM 248 (AB	<b>as peneiras</b> 3NT, 2003)	Quant	idade de n	naterial
# Passante	# Retido	Perc. (%)	Indiv. (g)	Acum. (g)
4,75 mm	2,36 mm	10	99,0	99,0
2,36 mm	1,18 mm	25	247,5	346,5
1,18 mm	600 μm	25	247,5	594,0
600 μm	300 µm	25	247,5	841,5
300 µm	150 μm	15	148,5	990,0

Tabela 3.3: Quantidade de agregado empregado no ensaio NBR 15577-4.

Na mistura das argamassas foi utilizado o cimento padrão ABCP, fixando-se a relação água/cimento em 0,47 e proporção de 1:2,25 (cimento:agregado), sendo moldadas três barras prismáticas de dimensão 25x25x283mm<sup>3</sup>.

No instante de moldagem foram controladas as condições do ambiente (umidade e temperatura) por meio de um relógio termo-higrômetro.

Após 24  $\pm$  2h de cura nos moldes, efetuou-se o acondicionamento das barras em recipiente com água destilada, mantendo-se na temperatura de 80<sup>o</sup>C durante 24 $\pm$ 2h. Seqüencialmente, realizou-se a primeira medição das barras (Figura 3.16), sendo as mesmas posteriormente transferidas para um banho térmico de NaOH 1N a 80 <sup>o</sup>C.



**Figura 3.13:** Equipamento de leitura de expansões.



**Figura 3.14:** Banho térmico NaOH 1N controlado à 80°C.



Figura 3.15: Instante de retirada da<br/>barra do banho térmicoFigura 3.16: Leituras de expansão

A retirada e retorno de cada barra do banho térmico para leitura foi realizado num período de tempo inferior a 1 min. A freqüência das leituras das barras e o período total do ensaio seguem esquematizados na Figura 3.17:

$\frac{10^{\circ}C}{9}$ $\frac{10^{\circ}C}{4}$ $\frac{10^{\circ}C}{4}$ $\frac{10^{\circ}C}{4}$ $\frac{10^{\circ}C}{4}$ $\frac{10^{\circ}C}{4}$ $\frac{10^{\circ}C}{4}$ $\frac{10^{\circ}C}{1}$ $\frac{10^{\circ}}{1}$ $\frac{10^{\circ}}{1$	$\frac{1}{9} C e^{\text{intensionern}} \text{Intensionern} \text{NaOH a tN a 80 ± 2 °C}$ $\frac{1}{3} \text{ dia desilidad} \text{Comprimento entre pinos - Ln}$ $\frac{1}{9} \frac{2 \text{ dias}}{4 \text{ dias}} \frac{2 \text{ dias}}{1 \text{ dia}} \frac{1 \text{ dia}}{1  di$										fecção		24±2	00.000	Cura a 20 ±
Imersão em NaOH a TN a 80 $\pm 2^{\circ}C$ até atingir 80°C 24 h 1 dia 24 h 1 dia 2 dias 2 dias 2 dias 2 dias 2 dias 3 dias 7 dias 9 dias 16 dias 16 dias 10 dias	Imersão em MaOH a 1N a 80 $\pm$ 2°C até alingir 80°C 24.h 24.h 1 dia 24.h 1 dia 2 dias 2 dias 2 dias 2 dias 3 dias 7 dias 9 dias 16 dias 16 dias 16 dias 16 dias 16 dias 10 L) 1 dia 10 L) 1 dia 10 L) 1 dia 10 L) 1 dia 10 L) 1 dia 10 L) 10 L									1 dia	Desfo (L)		7	10	10C e
imersão em NaOH a TN a 80 $\pm 2^{\circ}C$ Comprimento entre pinos - Ln 1 dia 4 dias 2 dias 7 dias 2 dias 5 dias 7 dia 1 dia 5 dias 7 dias 1 dia	Imersão em NaOH a 1N a 80 $\pm 2^{\circ}C$ Comprimento entre pinos - Ln Comprimento entre pinos - Ln (L) (L) (L) (L) (L) (L) (L) (L)								2 dia		ma		24 h	até atingir 80ºC	recipiente com aqua destilada
Intersão em NaOH a 1N a 80 $\pm 2^{9}$ C Comprimento entre pinos - Ln 4 dias 2 dias 7 dias 7 dias 2 dias 5 dias 7 dia 10 (L2) (L3) (L3) (L4) (L5) (L5) (L5) (L6) 14 dias 16 dias 21 dias 16 dias 18 dias 18 dias 23 dias 30 d	Imersão em NaOH a 1N a 80 $\pm 2^{\circ}C$ Comprimento entre pinos - Ln (L2) (L2) (L3) (L4) (L4) (L4) (L4) (L4) (L5) (L5) (L6) (L6) (L7) 14 dias 9 dias 16 dias 18 dias 23 dias 30 dias							3 dias	0		(L0)	+	1 dia		
Imersão em NaOH a 1N a $80 \pm 2^{9}C$ Comprimento entre pinos - Ln 2dias 7 dias 2 dias 5 dias 7 dia (L3) (L4) (L5) (L5) (L6) 14 dias 16 dias 21 dias 9 dias 16 dias 23 dias 23 dias 30 d	Imersão em NaOH a 1N a 80 $\pm 2^{\circ}C$ Comprimento entre pinos - Ln 2 dias 7 dias 2 dias 5 dias 7 dias 2 (L3) (L3) (L4) (L5) (L5) (L6) (L7) 14 dias 16 dias 21 dias 28 dias 9 dias 16 dias 18 dias 23 dias 30 dias						7 dias				dia 5.0		4 dias		
ão em NaOH a 1N a 80 $\pm 2^{\circ}C$ mprimento entre pinos - Ln Trias 2 dias 5 dias 7 dia 14 dias 14 dias 16 dias 21 dias 16 dias 18 dias 23 dias 23 dias 30 d	So em NaOH a 1N a 80 $\pm 2$ °C Imprimento entre pinos - Ln Trias 2 dias 5 dias 7 dias 2 (L3) (L4) (L5) (L5) (L6) (L7) dias 14 dias 16 dias 21 dias 28 dias 16 dias 18 dias 23 dias 30 dias 10 dia					9 dias					(12) (12) (13) (12)		2dias	00	Imers
OH a 1N a 80 $\pm 2^{\circ}$ C Pentre pinos - Ln 2 dias 5 dias 7 dia (L4) 4 dias 16 dias 21 dias Expansão d $E(\%) = \frac{L_n}{L}$ 18 dias 23 dias 30 d	OH a 1W a 80 $\pm 2^{\circ}$ C sentre pinos - Ln 2 dias 5 dias 5 dias 7 dias 2 (L4) 4 dias 16 dias 2 (L5) 16 dias 2 (L5) 16 dias 2 (L6) 21 dias 2 dias 2 dias barra Expansão das barra $E(\%) = \frac{L_n - L_0}{L_0}.10$ 18 dias 23 dias 30 dias				16 dias						dias 1	-	7dias	mprimento	ão em Na
$B0 \pm 2  {}^{\circ}C$ os - Ln os - Ln (L5) (L5) (L6) (L6) (L6) (L6) (L6) (L6) (L6) (L6	$B0 \pm 2 ^{\circ}C$ os - Ln $f_{0} = \frac{5  \text{dias}}{21  \text{dias}} = \frac{7  \text{dias}}{28  \text{dias}}$ $Expansão  das  barra$ $E(\%) = \frac{L_n - L_0}{L_0} .10$ $23  \text{dias}$ $30  \text{dias}$			18 dias							(L4) 4 dias	•	2 dias	o entre pin	OH a 1N a
s 7dia pansão d $= \frac{L_n}{L}$	$= \frac{L_n - L_0}{L_0} .10$		23 dia					E (%)	E.	7	(L5) 16 dias		5 dias	os - Ln	80 ± 2 °C
	as barra	30 d	S				t	= <u>L</u> =	punsuo u		(L6) 21 dias	+	7dia		

Figura 3.17: Ensaio de reatividade em barras de argamassa – NBR 15577-4 Fonte: Rilem (2008). Adaptado. Para os agregados G3, B1 e S1 foi moldada uma barra adicional segmentada em 5 partes e cujas análises objetivaram avaliar o desenvolvimento dos produtos da reação (xerogel) em zonas de interface pasta/agregado e poros das barras de argamassa, ao longo do período de leitura.



A barra adicional passou pela mesma condição de ensaio das demais barras, sendo cada segmento retirado do banho em idades estabelecidas pelo comportamento expansivo do ensaio.

## 3.3.6 Reatividade potencial em prismas de concreto (NBR 15577-6)

Este método de ensaio prescreve a avaliação da potencialidade reativa de agregados a partir de leituras de expansão em prismas de concreto, simulando a condição da RAA na mistura do concreto em ambiente de elevada umidade e temperatura para aceleração das reações.

Nos ensaios de reatividade do agregado em prismas de concreto foram realizados estudos em duas temperaturas -  $38 \pm 2$  <sup>0</sup>C (normalizada) e  $58 \pm 2$  <sup>0</sup>C (estabelecido), com todos os materiais em estudo.

Os agregados empregados no concreto constituíam-se da areia média composta M2 (MF =  $2,7\pm0,2$ ) não reativa (NBR 15577-4) e os agregados graúdos propostos (item 3.2.1). Mostra-se na Tabela 3.4 a granulometria destes agregados, os quais foram

empregados no estado seco, sendo os agregados graúdos inicialmente britados, classificados em peneiras, lavados e secos em estufa..

Agregado	Abertura da	as peneiras	Quantidade de material
	# Passante	# Retido	Perc. (%)
	19,0 mm	12,5 mm	33
Graúdo	12,5 mm	9,5 mm	33
	9,5 mm	4,75 mm	33
	2,36 mm	1,18 mm	35
Mirida	1,18 mm	600 µm	25
IVIIUUU	600 µm	300 µm	25
	300 µm	150 μm	15

Tabela 3.4: Quantidade de material utilizado nos ensaios.

Na confecção do concreto foi adicionado NaOH na água de constituição, dosado a partir da análise do equivalente em Na<sub>2</sub>O do cimento, de maneira a atingir um teor na mistura de 1,25% de NaOH.

Seguindo as especificações normativas, foi fixado o consumo de cimento em 420 kg/m<sup>3</sup>, volume de agregado graúdo seco em 0,7±0,2 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> de concreto e relação água/cimento (a/c) de 0,45.

No estado fresco foram determinados os parâmetros de trabalhabilidade (NBR NM 67/98), incorporação de ar e massa específica da mistura (NBR 9833/08), prosseguindo-se a moldagem de seis corpos-de-prova de dimensão 75x75x283 mm<sup>3</sup> e cura em ambiente laboratorial.

No instante da moldagem também foram controladas as condições de umidade e temperatura do ambiente por meio de um relógio termo-higrômetro.

Após a cura por 23,5 $\pm$ 0,5 h foi efetuada a remoção dos moldes e a leitura inicial do comprimento das barras, sendo cada jogo de três barras posteriormente inserido em recipientes hermeticamente selados (Figura 3.20), tendo no mesmo uma lâmina de água de fundo (20  $\pm$  5 mm).

Estes recipientes foram armazenados em estufas térmicas com temperaturas controladas de  $38 \pm 2$  <sup>o</sup>C e  $58 \pm 2$  <sup>o</sup>C.

Na idade de leitura os recipientes foram retirados das estufas e colocados em ambiente com temperatura controlada de 23  $\pm$  2 <sup>0</sup>C, por um período de 18 $\pm$ 2h.

Assim, foram realizadas as leituras de expansão e as pesagens dos prismas de concreto, sendo posteriormente recolocados nas estufas.



A freqüência das leituras dos prismas de concreto e o período total do ensaio seguem esquematizados nas Figuras 3.24 e 3.25:

										rei	(C	em toneira	 23 ± 0,5 I	UR>909	prismas
								1 ser	1 dia	em recipiente vestido com bidin	, Po) e colocação	sforma, medida do mprimento e peso inicial	 h 6 dias	6	
							2 sem	mana			(L7, P7)	Medida 1 semana 7dias	 1 sen		16 ±
						4 sen	anas				(L14, P14)	Medida 2 semanas 14dias	 nana 2 sen		4 h antes de
					8 ser	nanas		_		-	(L28, P28)	Medida 4 semanas 28dias	 nanas 4 ser	Medida de	cada medida,
				13 s	nanas			E(%) = .	man	Eyman	(L56, P56)	Medida 8 semanas (2 meses)	 nanas 5 se	peso (Pn) e d	realizar o re
			18 s	emanas			L 0	La - LO .]	I I I	cão das har	(L91, P91)	Medida 13 semanas (3 meses)	 manas 5 si	istância entre	sfriamento do
		26 s	emanas	ł				00 %		Profe	(L126, P126	Medida 18 semanas (4,5 meses)	 emanas 8 s	pinos (Ln)	recipiente at
	39 9	emanas						ΔP(%) =	I CI LEJAMAR	Porcontunt	) (L182, P182	Medida 26 semana (6,5 meses	 emanas 13 :		ingindo 20±:
52 :	emanas						Fo	$=\frac{r_n-r_0}{D}$ .1	D D	do numonto	) (L273, P273	Medida 39 semana: (10 meses)	 semanas 13		2ºC.
semanas								100 %	uc peop	do noco	3) (L364, P3	Medida s 52 semar ) (12 mese	semanas		

Fonte: Rilem (2008). Adaptado.



#### Capítulo 3 - Programa de ensaios

# 3.4 Ensaios de análise qualitativa e micro estrutural

3.4.1 Ensaio de contraste químico – Método da mancha

O teste da mancha foi realizado com o intuito de avaliar qualitativamente a ocorrência da RAA em testemunhos extraídos e amostras aceleradas (argamassa e concreto), identificando no concreto as regiões com produtos da reação: frentes de reação na interface pasta/agregado e poros preenchidos.

O kit de identificação da RAA utilizado nos ensaios foi composto por duas soluções a base de cobaltonitrito e rodamina B base e conservantes químicos específicos. Estas soluções foram submetidas a uma série de testes laboratoriais em concretos com RAA que confirmaram seu desempenho de identificação da reação.

Nos testes colorimétricos, também foi empregado o indicador de fenolftaleína, utilizado para avaliar a alteração do pH– característico da reação de carbonatação no concreto.

A seqüência de impregnação que foi adotada para os reagentes de forma a melhor diagnosticar a reação, sendo apresentada na Figura 3.26:



Figura 3.26: Seqüência de aplicação do kit colorimétrico.

Nos itens a seguir são apresentados os métodos de impregnação adotados nas amostras estudadas.

#### 3.4.1.1 Agregados

Os agregados graúdos constituintes dos testemunhos de concreto foram separados do mesmo por meio da quebra por martelete. Estes, conjuntamente com os agregados da pesquisa foram submetidos ao teste colorimétrico com o cobaltonitrito de sódio, visto a necessidade de verificação da impregnação destes materiais pelo agente amarelado, permitindo a avaliação da ocorrência de falso-positivos no método. O reagente róseo também foi aplicado nos agregados para avaliação de comportamento.

#### 3.4.1.2 Xerogéis extraídos

Trataram-se de amostras únicas extraídas dos poros internos dos testemunhos de concreto e da superfície de estruturas, tendo fundamental importância quanto à avaliação do kit RAA, uma vez que possuíam características de alcalinidade e composição química relacionadas à reações patológicas dos concretos.

Os xerogéis foram impregnados com o Kit RAA e avaliados quanto à intensidade de coloração e nível de acidez/basicidade (pH), além disso, foram realizados testes com uma solução de ácido clorídrico (15%), verificando o efeito de efervescência característico de carbonatos.

#### 3.4.1.3 Testemunhos e amostras aceleradas

Os testemunhos de concreto, barras de argamassa e prismas de concreto foram impregnados com ambos os reagentes do Kit, sendo posteriormente observadas as regiões de interesse (bordas de reação e poros preenchidos).

![](_page_83_Picture_1.jpeg)

Figura 3.27: Aplicação do Kit Colorimétrico – LCEC

![](_page_83_Picture_3.jpeg)

Figura 3.28: Teste inicial em amostra de concreto

Os segmentos das barras de argamassa G3, B1 e S1, retirados em diferentes idades do ensaio acelerado, também foram impregnados com os reagentes do kit, sendo avaliados quanto à ocorrência de frentes de evolução do "gel" da RAA na interface pasta/agregado e o desenvolvimento do "gel" nos poros presentes na argamassa.

Na Figura 3.29, segue apresentado o fluxograma do ensaio colorimétrico nas amostras estudadas:

![](_page_84_Figure_1.jpeg)

Figura 3.29: Fluxograma de ensaios com o kit RAA

#### 3.4.1.4 Análises microestruturais das amostras

A visualização das amostras via microscópio estereoscópico e microanálises por MEV/EDS, teve o intuito de identificar o xerogel RAA nos poros do concreto, estruturas cristalinas (etringita, monosulfatos e silicatos hidratados) e o desempenho do agente colorimétrico nas regiões de interface pasta/agregado e poros preenchidos.

As análises por MEV e EDS também permitiram a identificação pela análise topográfica e semi-quantitativa do xerogel da reação, de estruturas secundárias e avaliar o comportamento dos reagentes do Kit em regiões com produtos da RAA.

As amostras analisadas, compostas por testemunhos de concreto e amostras aceleradas (barras de argamassa e prismas de concreto), foram preparadas por meio de fratura com martelo (Figura 3.30) apresentando dimensão máxima 0,9x0,9cm. O uso de amostras do tipo fraturadas possibilitou a análise das reais características presentes no concreto deteriorado, sendo investigadas regiões afetadas pela RAA.

Posteriormente, foi utilizado o microscópio estereoscópico como auxílio na identificação de amostras com regiões de interesse afetadas pela RAA, tais como poros e bordas de reação, sendo as amostras fotografadas e armazenadas no sistema de aquisição. O registro das imagens foi fundamental na análise das regiões de interesse, visto que as imagens observadas no MEV se mostraram em branco e preto.

Na seqüência, as amostras foram colocadas no porta-amostra (Figura 3.31), sendo recobertas com uma fina camada de ouro em sua superfície de fratura na metalizadora Denton Vacuum Desk III, seguindo para as análises microestruturais no MEV e EDS.

![](_page_85_Picture_4.jpeg)

Figura 3.30: Preparo das amostras por fratura

Figura 3.31: Amostras recobertas com ouro no porta-amostra para análise no MEV e EDS

Nas análises com EDS foram realizadas microanálises pontuais nas estruturas cristalinas, de forma a analisar os componentes químicos presentes nas mesmas e correlacionar com estrutura observada no MEV. Os pontos de análise por EDS foram indicados com cursores nas imagens obtidas (Figura 3.32).

A identificação das estruturas cristalinas registradas no MEV foi analisada por meio de registros indicados na literatura internacional (LARRAÑAGA, 2004; OWSIAK,

2003; TAYLOR, 1983) e nacional (HASPARYK, 2005; SILVEIRA, 2006).

![](_page_86_Figure_2.jpeg)

Figura 3.32: Análise dos produtos da RAA em barras de argamassa. (a) Análise no MEV, (b) EDS da etringita - ponto A e (c) EDS do xerogel da RAA - ponto B Fonte: Owsiak (2003)

![](_page_86_Figure_4.jpeg)

Figura 3.33: Diferentes formas de xerogel da reação álcali-sílica. (a) Forma gretada, (b) Forma cristalina.

Fonte: Larrañaga (2004)

Capítulo

# ANÁLISE DOS RESULTADOS

Neste capítulo aborda-se a análise dos resultados de toda a pesquisa experimental desenvolvida neste trabalho. Apresentam-se os resultados dos ensaios desenvolvidos nos laboratórios do LCEC, ABCP, DFQ-UNESP e DFI-UFMS, referentes aos estudos da reação em testemunhos de concreto, o diagnóstico dos xerogeís extraídos e as avaliações de reatividade potencial dos agregados determinada pelos ensaios acelerados em barras de argamassa, prismas de concreto e análises petrográficas. Na seqüência são apresentados os resultados do método da mancha nas amostras de concreto e argamassa, complementadas com as microanálises em MEV/EDS das regiões de interesse.

# 4.1 Caracterização dos testemunhos de concreto

## 4.1.1 Caracterização química

As análises químicas descritas no item 3.1 foram realizadas nos xerogéis obtidos pela extração em poros preenchidos no interior dos testemunhos de concreto T1.2 e T3, sendo apenas na amostra T1.1 retirada diretamente da superfície externa de um concreto afetado.

Na amostra T3 determinou-se somente os componentes químicos preponderantes nos xerogéis da RAA (SiO<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O e CaO), devido a pouca quantidade de amostra obtida dos poros do concreto. Já na amostra T2 não foi possível obter uma quantidade suficiente de material, pois os poros apresentavam pouco preenchimento com o xerogel da reação.

A análise química dos agregados componentes dos testemunhos também foi realizada. Os resultados obtidos são apresentados nas Tabelas 4.1:

Análise	Suposto xerogel				Agrega	do		Fonosificosão
química	T1.1	T1.2	Т3	T1.2 - A1	T1.2 - A2	T2	Т3	Especificação
SiO <sub>2</sub>	0,64	58,00	24,65	94,66	86,24	49,89	98,40	
$R_2O_3$	-	-	-	2,50	7,74	32,37	0,96	NBR NM22
CaO	54,40	13,18	8,02	1,38	1,78	2,14	0,31	(ABNT, 2004)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,42	2,44	-	1,86	4,96	7,89	0,86	
Na₂O	0,05	3,24	2,51	0,22	0,14	0,52	0,08	
K₂O	0,09	8,14	25,20	0,47	2,12	0.80	0.07	Método
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,02	0,50	-	0,64	2,78	4,37	0,10	atômica
MgO	0,02	0,55	-	0,21	1,55	1,05	0,07	
SO <sub>3</sub>	-	-	-	0,16	0,06	0,09	0,19	NM16 (ABNT, 2004)
PF	43,92	14,95	-	1,12	0,98	0,70	0,30	NM18 (ABNT, 2004)

Tabela 4.1: Análise química dos testemunhos de concreto

Legenda:

T1.1 - xerogel extraído da UHE Jaguari

T1.2 - Testemunho de concreto extraído - composto com agregado do tipo granito

T2 - Testemunho de concreto extraído - composto com agregado do tipo basalto

T3 – Testemunho de concreto extraído – composto com agregado do tipo seixo

R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Conjunto de outros óxidos presentes na composição química do material.

Os resultados obtidos mostraram que os xerogéis estudados apresentaram composições químicas diversificadas.

No xerogel de T1.1 se observou uma predominância de íons cálcio, expresso na forma de CaO, enquanto que os outros elementos químicos apresentaram valores pouco expressivos.

Nas amostras de xerogel T1.2 e T3 notaram-se teores de SiO<sub>2</sub> e CaO expressivos em relação aos outros componentes químicos presentes, sendo contudo, observado em T3 níveis semelhantes de sílica e óxido de potássio. No comparativo entre esses xerogéis, observou-se que teor de K<sub>2</sub>O foi maior em T3 do que em T1.2, indicando a possibilidade de maior identificação da reação nas análises subseqüentes com os reagentes do kit colorimétrico.

Os agregados dos testemunhos foram analisados quimicamente e indicaram teores de SiO<sub>2</sub> elevados (> 85%), sendo que o agregado T2 apresentou um valor de 50%, característico de basaltos (45% a 55%), e o agregado de T3 teve predominância química de sílica, fato característico de cascalhos (seixo rolado).

O testemunho T1.2 apresentou 2 tipos de agregado de coloração rósea e marrom escuro. Na análise química foi notória a distinção, observando-se diferenças nos teores de cada componente químico. O agregado T1.2-A2 apresentou uma quantidade considerável de potássio em sua composição, ao passo que o agregado T3 apresentou baixo teor de cálcio.

Outras análises químicas foram realizadas na argamassa de constituição dos testemunhos, avaliando-se o teor de álcalis, cálcio e sílica presentes. Os resultados são apresentados na Tabela 4.2.

Amootro	CaO	SiO <sub>2</sub>	R <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Álcalis	s totais	Álcalis solúveis		
Amostra				Na₂O	K <sub>2</sub> O	Na₂O	K₂O	
T1.2	18,92	65,84	4,24	0,10	0,21	0,04	0,02	
T2	21,10	57,16	7,08	0,38	0,51	0,24	0,05	
Т3	20,00	63,22	3,20	0,29	0,11	0,25	0,01	

Tabela 4.2: Análise química da argamassa dos testemunhos

As análises das argamassas indicaram a presença de óxido de cálcio e sílica, oriundos de produtos de hidratação e dos componentes do concreto (agregados), além de teores alcalinos pouco expressivos.

A partir das análises químicas obtidas nas amostras dos xerogéis, foi estimada a composição química dos mesmos em função dos compostos alcalinos e a sílica. A estimativa da composição dos xerogéis foi feita por meio da razão molar destes compostos, sendo no caso dos álcalis, considerado a soma de K<sub>2</sub>O e Na<sub>2</sub>O. Os resultados obtidos seguem destacados na Tabela 4.3.

		-			
Xerogel	Componente	Massa molar	% massa	Razão molar	Composição do xerogel
	SiO <sub>2</sub>	60	0,64	0,011	
T1.1	H <sub>2</sub> O	18	43,92	2,440	0,002(Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O).0,01 SiO <sub>2</sub>
	Na₂O	62	0,05	0,001	
	SiO <sub>2</sub>	60	58,00	0,967	
T1.2	K <sub>2</sub> O	94	8,14	0,087	0,14(Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O).0,97 SiO <sub>2</sub>
	Na₂O	62	3,24	0,052	
тз	SiO <sub>2</sub>	60	24,65	0,411	
	K <sub>2</sub> O	94	25,20	0,268	0,31(Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O).0,41 SiO <sub>2</sub>
	Na₂O	62	2,51	0,040	

Tabela 4.3: Composição química dos xerogéis estudados

A análise dos xerogéis indicou uma relação álcalis/sílica de 0,14 e 0,31 para T1.2 e T3, respectivamente. Estudos realizados por Hasparyk (2005) indicam valores entre 0,22 a 0,26 para "géis" exsudados do concreto da UHE FURNAS, sendo as faixas apresentadas na literatura entre 0,27 e 0,53. Os resultados obtidos indicam valores fora deste intervalo (T1.2), além da incidência diferenciada dos constituintes químicos para cada xerogel: T1.2 (SiO<sub>2</sub> > CaO > K<sub>2</sub>O > Na<sub>2</sub>O) e T3 (K<sub>2</sub>O > SiO<sub>2</sub> > CaO > Na<sub>2</sub>O).

Os resultados indicaram uma heterogeneidade da composição destes xerogéis estando em concordância com observações feitas por outros pesquisadores (HELMUTH; DIAMONG apud HASPARYK, 2005, p.214, POOLE, 1992).

O material T1.1 apresentou uma composição química particular em relação aos outros xerogéis, pois indicou predominância de cálcio em sua composição, tratandose possivelmente de um carbonato de cálcio proveniente da formação de eflorescências no concreto.

## 4.1.2 Análise de difratometria de raios X

A análise por DRX, realizada de acordo com o item 4.3.2, foi feita nas amostras T1.1, T1.2 e T3 e nos agregados componentes dos testemunhos de concreto.

Na amostra T1.1 foi realizada a análise difratométrica do material antes e após o ensaio de perda ao fogo, visto a variação de peso significativa notada na análise química (Tabela 4.1).

![](_page_91_Figure_2.jpeg)

Figura 4.1: Difratograma da amostra T1.1 antes e após a perda ao fogo (PF).

A partir do difratograma da amostra T1.1, foi possível notar a presença em grande quantidade da fase cristalina de CaCO<sub>3</sub>, identificada pelos picos principais,  $2\theta = 23,0$ ; 29,3; 35,9; 43,1; 47,0 e 48,4. Após a amostra ser submetida à elevação temperatura de 1000 <sup>0</sup>C (PF), notou-se a formação da fase CaO, identificada pelos picos  $2\theta = 32,3$ ; 37,4; 53,9; 64,2 e 67,4. Este fato indicou a perda de anidrido carbônico (CO<sub>2</sub>), confirmando tratar-se de um carbonato de cálcio.

A análise difratométrica dos xerogéis T1.2 e T3 foram analisados conjuntamente, visto a semelhança apresentada no intervalo de varredura  $2\theta = 5,0$  a 75,0 (Figura 4.2). Contudo, foi considerado o intervalo de análise em  $2\theta = 23,0$  a 37,0 (Figura 4.3), de maneira a melhor distinguir os elementos cristalinos presentes nas duas amostras.

![](_page_92_Figure_1.jpeg)

Figura 4.2: Difratograma das amostras T1.2 e T3.

![](_page_92_Figure_3.jpeg)

Figura 4.3: Amostras T1.2 e T3 análise no intervalo  $2\theta = 23,0$  a 37,0.

No xerogel T1.2, notou-se a presença de três arranjos estruturais (polimorfismo) do  $SiO_2$  apresentados na forma de Quartzo, Tridimita e Stishovita. Também foi observada a presença da fase cristalina de Trona (Na<sub>3</sub>H(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O), estrutura também identificada por Hasparyk (2005).

A fase cristalográfica do Quartzo também foi encontrada na amostra T3, sendo notado a presença de outras duas fases cristalinas do SiO<sub>2</sub>:  $\alpha$ -Quartzo e Tridimita, e a ausência da fase cristalina da Trona.

As amostras de xerogel T1.2 e T3, não apresentaram os elementos de potássio e silício, compostos que participam diretamente da RAA, possivelmente indicando que os mesmos se apresentam na forma amorfa ou como dopantes nas estruturas encontradas. Outros elementos também não identificados, e que comumente estão

presentes na RAA, foram os íons sódio, cálcio e alumínio, possivelmente associados à fase amorfa do xerogel.

É importante salientar que as análises difratométricas realizadas nos xerogéis T1.2 e T3, identificaram apenas alguns compostos químicos destacados na literatura, pois a sobreposição de diversas fases cristalinas presentes nestes materiais dificultou uma avaliação precisa dos demais compostos constituintes.

As análises dos difratogramas dos agregados, apresentada no ANEXO A, indicaram a presença de minerais diversificados nas amostras estudadas.

Nos agregados de T1.2, pôde-se identificar a presença de diferentes estruturas minerais presentes na amostra, sendo identificadas fases de interesse referente aos feldspatos alcalinos (item 3.5) na forma de albite e microclina.

No agregado de T3 foi identificada a fase cristalina de SiO<sub>2</sub> na forma de quartzo como preponderante, padrão característico de cascalhos (seixos) e areias naturais.

#### 4.1.3 Histórico petrográfico

Estudos anteriores realizados com os testemunhos de concreto T1.2, T2 e T3 apresentam análises petrográficas destes materiais, avaliando-se o caráter reativo dos minerais e destacando observações em regiões de interesse (interface agregado/argamassa e poros do concreto) via microscopia ótica transmitida em lâminas delgadas de concreto.

Na Tabela 4.4 segue o levantamento dos dados dos testemunhos de concreto T1.2 e T2 e as análises microscópicas realizadas:

	Características	T1.2 – A1	T2			
gia	Principal	Quartzo, feldspato (plagioclásio e microclinio) e mica (biotita)	Plagioclásio, piroxênio e opacos			
ralo	Subordinada	Apatita, sericita	Apatita, clorofeita, quartzo			
Mine	Reativa/ Deletéria	Quartzo deformado com extinção ondulante, e quartzo microcristalino recristalizado em estrutura mortar	Mesostases (massa fina - possível vidro devitrificado constituído por micrólitos)			
Textura		Porfirítica	Hialofítica			
Alteração		De modo geral a rocha é sã com alguma sericitização dos feldspatos	Sã a pouco alterada			
Deformação do agregado		Agregado pouco deformado	Não deformado			
Тір	o de rocha	Ígnea				
Classificação petrográfica		Granito rosa porfirítico	Basalto toleítico			
	Reatividade potencial	Agregado potencialmente reativo	Agregado potencialmente reativo			

Tabela 4.4: Análise petrográfica dos agregados graúdos (pedras britadas)

O agregado T1.2-A2 de coloração escura foi caracterizado por constituir-se de minerais de anfibólios, biotita e plagioclásio.

A amostra T3 foi descrita na mineralogia como uma rocha de origem quartzosa com ou sem impregnações limoníticas. Na microscopia ótica foi observado que a rocha constituía-se por grãos de quartzo deformados que apresentam extinção ondulante, característico de um material potencialmente reativo.

Nas análises por microscopia ótica do concreto T1.2 e T2, foram observados a presença de cristais aciculares de etringita em poros esféricos da pasta e a presença freqüente de fissuras formadas pelo xerogel amorfo da RAA. No concreto de T3 foi notado apenas a presença do xerogel da RAA em fissuras e bordas do agregado.

## 4.1.4 Inspeção visual dos testemunhos

Os testemunhos de concreto foram inspecionados visualmente e, em seguida, fragmentados em partículas menores para observação em microscópio

estereoscópico, na qual foram verificadas presenças de bordas de reação nos agregados e poros preenchidos com material formado pela RAA.

Nas Figuras 4.4 a 4.10 seguem apresentadas as considerações quanto às estruturas observadas nas amostras estudadas.

![](_page_95_Picture_3.jpeg)

**Figura 4.4:** Inspeções visuais a olho nu na amostra T 1.1. a) Aspecto a olho nu b) Aspecto no microscópio estereoscópico.

A partir das observações visuais realizadas na amostra T1.1 pode-se caracterizá-la como um material heterogêneo, com coloração esbranquiçada à acinzentada escura.

Por se tratar de um material retirado da superfície do concreto e exposto em ambiente úmido, pode-se supor que a coloração escurecida esteja relacionada a um processo químico de fixação de CO<sub>2</sub>.

![](_page_96_Figure_1.jpeg)

![](_page_96_Figure_2.jpeg)

![](_page_96_Figure_3.jpeg)

poros do concreto.

A amostra T1.2 apresentou notável presença de xerogel (material esbranquiçado) formado em poros totalmente e parcialmente preenchidos, além de bordas escuras na região do agregado (Figura 4.5a.e b).

Na análise pelo microscópio estereoscópico observaram-se freqüentemente nos poros preenchidos, regiões densificadas na interface poro/argamassa (Figura 4.6a) com aspecto vítreo. Além disso, também foi notado vários poros semi preenchidos, um indicativo de formação do xerogel da RAA, sendo visualmente identificados como partículas milimétricas ou grumos (Figura 4.6b).

![](_page_97_Figure_1.jpeg)

**Figura 4.7:** Inspeções visuais a olho nu no testemunho T2. a) e b) Presença de poros parcialmente preenchidos no concreto.

![](_page_97_Figure_3.jpeg)

![](_page_97_Figure_4.jpeg)

Na amostra T2 foi notada a freqüente presença de xerogel nos poros do concreto, estando parcialmente preenchidos, com características similares as observadas na amostra T1.2, apresentando freqüentes grumos de xerogel (Figura 4.8b). Não foram observadas bordas de reação em interfaces agregado/pasta.

![](_page_98_Figure_1.jpeg)

**Figura 4.9:** Inspeções visuais a olho nu no testemunho T3. a) Detalhe do macro poro preenchido com material esbranquiçado, b) Presença de bordas de reação no agregado.

![](_page_98_Figure_3.jpeg)

**Figura 4.10:** Inspeções visuais com microscópio estereoscópico no testemunho T3. a) Detalhe do poro preenchido com xerogel, b) Possível processo de formação do xerogel observado em muitos poros.

Na inspeção a olho nu no testemunho T3, apresentou freqüentes poros semi preenchidos e raros poros totalmente preenchidos, além disso, notou-se a presença de bordas de reação e fissuras longitudinais nos agregados (Figura 4.9 b).

Na análise microscópica foram detectados freqüentes poros sem preenchimento e alguns poros preenchidos.

Nas Tabelas 4.5 e 4.6 são apresentados resumos das observações macroscópicas e microscópicas dos testemunhos estudados:

Amostra	T 1.2	T2	Т3	
Cor da argamassa	Cinza	Cinza	Cinza clara	
Distribuição dos constituintes	Normal homogêneo	Normal homogêneo	Normal homogêneo	
Proporção dos constituintes	Normal a argamassado	Normal a argamassado	Normal a argamassado	
Aderência argamassa/agregado	Boa	Воа	Воа	
Porosidade Macroscópica	Pouco Poroso	Pouco poroso	Pouco poroso (poros esféricos)	
Compacidade Compacto		Compacto	Compacto	
Adensamento	Bem adensado	Bem adensado	Normal	
Fraturamentos	Não observado	Não observado	Observados em agregados	

Tabela 4.5: Análise macroscópica dos testemunhos de concreto

 Tabela 4.6:
 Análise microscópica dos testemunhos de concreto

Amostra	T 1.2	T2	Т3			
Bordas de reação	Observadas ao	Não observadas	Observadas a olho			
nos agregados	microscópio		nu			
Poros preenchidos	Freqüentes com	Poucos poros	Freqüentes com			
	preenchimento total	parcialmente	preenchimento			
	ou parcial por material	preenchimentos com	parcial de material			
	esbranquiçado	material esbranquiçado	esbranquiçado			
Fissuras	Raramente observadas					

Os testemunhos de concreto T1.2, T2 e T3, mostraram características estruturais e texturais muito similares, indicando processos de dosagem e adensamento normais, visto que a ausência de vazios de exsudação e a distribuição regular dos agregados graúdos, indicam o adensamento adequado e boa homogeneização dos concretos.

As argamassas dos testemunhos apresentaram colorações cinza (T1.2 e T2) e cinza clara (T3), além de porosidades macroscópicas mais freqüentes nas amostras T1.2 e T3, constituídos por poros milimétricos à submilimétricos.

#### 4.2 Amostras aceleradas: argamassa e concreto

#### 4.2.1 Caracterização dos materiais

Os materiais constituintes das barras de argamassa e concreto ensaiados foram caracterizados por análises físico-químicas, as quais forneceram as informações necessárias na composição dos traços e análises de comportamento com o kit colorimétrico. Os resultados são descritos sucintamente nos itens abaixo.

#### <u>Aglomerante</u>

As análises físico-químicas do material cimentício foram realizadas pela ABCP, sendo apresentados na Tabela 4.7:

			_
Ensaio		Resultados	Especificação
Álcalis		(%)	
	Na <sub>2</sub> O	0,30	
Totais	K <sub>2</sub> O	1,10	(ADINT, 2004)
	Na <sub>2</sub> Oeq*	1,02	
	Na <sub>2</sub> O	0,25	
Solúveis	K <sub>2</sub> O	1,00	Método ABCP
	Na <sub>2</sub> Oeq*	0,91	
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )		3,09	NM 23 (ABNT, 2000)
Finura blaine (cm²/g)		4860	NM 78 (ABNT, 1998)
Expansão a	auto-clave (%)	0,02	Método ABCP

Tabela 4.7: Características físico-químicas do aglomerante

\*Na<sub>2</sub>Oeq – Equivalente alcalino: 0,658 K<sub>2</sub>O+Na<sub>2</sub>O

O cimento empregado nos ensaios acelerados, apresentou resultados físicoquímicos dentro dos aspectos normativos estabelecidos pela NBR 15577-4, referentes a finura (4900  $\pm$  200) cm<sup>2</sup>/g, Na<sub>2</sub>Oeq totais (0,90  $\pm$  0,10)% e autoclave inferior a 0,2%.

#### Agregados

A consideração física dos agregados permitiu a determinação dos parâmetros necessários à elaboração da dosagem dos concretos da NBR 15577-6. Ao passo que a análise química possibilitou identificar a presença dos componentes presentes

nas rochas, tendo em destaque íons alcalinos, cálcio e sílica, os quais estão envolvidos na RAA e no processo de identificação no método da mancha.

Nas Tabelas 4.8 e 4.9 seguem apresentadas as análises físicas e químicas realizadas nos agregados graúdos e miúdo:

Amostro	Massa	Específic	<b>ca</b> (g/cm <sup>3</sup> )	Absorção	Massa unitária
Amostra	S.S.S	sêca	aparente	(%)	(kg/cm <sup>3</sup> )
Especificação	NM 53 (/	ABNT, 200	ABNT, 2001)	NM 45 (ABNT, 2006)	
B1	2,938	2,914	2,987	0,83	1,702
B2	2,913	2,889	2,960	0,83	1,670
G2	2,631	2,613	2,662	0,71	1,590
G3	2,727	2,716	2,745	0,40	1,576
S1	2,607	2,600	2,628	0,50	1,740
M2	2,604	2,610	2,600	0,16	1,616
API	2,092	2,868	2,968	1,17	1,704

Tabela 4.8: Características físicas dos agregados empregados nos ensaios de reatividade

#### Legenda:

B1 e B2 – Agregados do tipo basalto

G2 e G3 – Agregados do tipo granito

S1 – Agregado do tipo seixo rolado

M2 – Areia padrão

API – Agregado potencialmente inócuo

Análise	Agregados					Fonosifiosoão
química	B1	B2	G2	G3	S1	Especificação
SiO <sub>2</sub>	49,44	48,33	90,94	89,94	95,20	
R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (*)	33,19	32,87	7,22	7,02	2,10	NBR NM22 (ABNT, 2004)
CaO	8,51	8,61	2,25	0,67	0,21	(
Na <sub>2</sub> O	0,41	0,41	0,27	0,17	0,18	
K <sub>2</sub> O	0,17	0,27	0,16	2,19	0,10	Método absorção
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16,24	16,14	3,79	3,29	1,96	atômica
MgO	1,94	1,94	0,40	1,11	0,04	
SO <sub>3</sub>	0,25	0,25	0,17	0,07	0,34	NM16 (ABNT, 2004)

Tabela 4.9: Análise química dos agregados

\* R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Conjunto de outros óxidos presentes na composição química do material.

A análise dos componentes alcalinos mostrou um teor de potássio considerável na amostra G3 indicando possível presença de feldspatos alcalinos, ao passo que nos agregados B1, B2 e G2 tiveram apreciáveis quantidades de cálcio, que podem estar relacionados aos minerais do tipo plagioclásio ou piroxênio. No caso destas amostras, faz-se necessária uma avaliação do comportamento pelo kit colorimétrico, uma vez que apresentam componentes passíveis de identificação.

Nas rochas G2, G3 e S1 a elevada quantidade de sílica pode estar relacionada a presença de quartzo cristalino. Nas amostras B1 e B2 os teores de sílica encontrados foram menores, apresentando valores característico de basaltos (entre 45% à 55%) de caráter básico, ou seja, que apresentam pouca sílica, o valor do  $R_2O_3$  nestas amostras foi considerável, indicando a presença de outros óxidos tais como titânio, manganês e alumínio.

Segundo Thiecher (2008) a sílica presente em basaltos relaciona-se parte a formação inicial dos minerais principais e parte a formação da mesóstase (resíduo de baixa cristalinidade), juntamente com os compostos alcalinos.

O agregado S1 apresentou uma predominância de sílica, típico de rochas sedimentares (cascalho, areia, entre outros) e, em menor quantidade,  $Fe_2O_3$  indicando uma pequena quantidade de ferro na amostra, possivelmente relacionado a presença de mica.

A análise granulométrica do agregado miúdo M2 foi realizada de acordo com as proporções citadas no item 3.24, sendo apresentada na Figura 4.11:

![](_page_102_Figure_6.jpeg)

Figura 4.11: Perfil granulométrico estabelecido para a areia M2.

Os resultados da areia M2 indicaram sua conformidade com a exigência normativa da NBR 15577-6, obtendo-se um MF= 2,67 para este material, cujo limite estabelecido encontra-se entre 2,5 a 2,9.

# 4.2.2 Análise petrográfica dos agregados (NBR 15577-3)

A análise petrográfica possibilitou a análise da potencialidade reativa dos agregados estudados. Esta técnica qualitativa permitiu caracterizar os minerais presentes nas amostras e identificar seu grau de deformação e alteração na rocha.

Os aspectos petrográficos dos agregados foram analisados segundo as prescrições da NBR 15577-3, sendo realizadas observações via microscopia ótica de luz transmitida em lâminas delgadas de agregado graúdo e microscopia estereoscópica para avaliação da mineralogia do agregado miúdo M2.

Na Figura 4.14 a 4.18 e Tabelas 4.10 a 4.12 seguem as análises petrográficas realizadas no centro de pesquisas da ABCP:

Características		B1	B2		
lineralogia	Principal	Plagioclásio e piroxênio			
	Subordinada	<ul> <li>Vidro devitrificado;</li> <li>Argilomineral;</li> <li>Hidróxido de ferro e opacos.</li> </ul>	<ul> <li>Vidro vulcânico;</li> <li>Argilomineral;</li> <li>Hidróxido de ferro e opacos.</li> </ul>		
N	Reativa/ Deletéria	Vidro devitrificado: > 5%			
Estado de alteração		<ul> <li>Medianamente alterada:</li> <li>Feldspatos alterados para sericita;</li> <li>Vidro devitrificado;</li> <li>Opacos alterados para hidróxido de ferro;</li> <li>Piroxênio alterado por argilomineral.</li> </ul>	<ul> <li>Medianamente alterada:</li> <li>Feldspatos alterados para sericita;</li> <li>Vidro devitrificado; e</li> <li>Opacos alterados para hidróxido de ferro.</li> </ul>		
Deformação do agregado		Ausente			
Tipo de rocha		Ígnea			
Classif. petrográfica		Basalto			
Reatividade potencial		Potencialmente Reativo			

Tabela 4.10: Análise petrográfica dos agregados graúdos – amostras B1 e B2.

Características		G2	G3		
eralogia	Principal	Quartzo, feldspato	Feldspato (plagioclásio e microclínio) e quartzo		
	Subordinada	<ul> <li>Mica;</li> <li>Titanita;</li> <li>Anfibólio;</li> <li>Clorita; e</li> <li>Clorita; e</li> <li>Clorita; e</li> </ul>	<ul> <li>Biotita;</li> <li>Clorita;</li> <li>Argilomineral;</li> <li>Titanita; e</li> <li>Opacos.</li> </ul>		
Min	Reativa/ Deletéria	<ul> <li>Quartzo deformado com ângulo de extinção ondulante: 19,5<sup>0</sup></li> </ul>	<ul> <li>Feldspatos alterados: &gt;5%;</li> <li>Quartzo microcristalino: 1-5%;</li> <li>Quartzo com extinção ondulante (maior que 30°): &gt;5%</li> </ul>		
Es	tado de alteração	Predominantemente sã	<ul> <li>Pouco alterada:</li> <li>Feldspatos sericitizados; e</li> <li>Biotita cloritizada.</li> </ul>		
Deformação do agregado		<ul> <li>Quartzo deformado (ângulo extinção ondulan</li> <li>Minerais triturados (forma massa mais fina) bordeja maiores, evidenciando deformação na rocha; e</li> <li>Pontos com quartzo tendendo a poligonização (recristalização da rocha)</li> </ul>			
Tipo de rocha		Metamórfica			
Cla	assif. petrográfica	Granito Gnaíssico	Gnaisse Cataclasado		
Reatividade potencial Potencialmente Reativo			almente Reativo		

 Tabela 4.11: Análise petrográfica dos agregados graúdos – amostras G2 e G3.

Tabela 4.12:	Análise	petrográfica	dos agreg	ados S1	e M2.
	/	poulogiunou	uoo ugi og		0 1012.

Características		S1	M2	
	Principal	Quartzo		
Mineralogia	Subordinada	<ul> <li>Mica e opacos.</li> </ul>	<ul> <li>Mica;</li> <li>Fragmentos de rocha;</li> <li>Turmalina;</li> <li>Granada; e</li> <li>Opacos.</li> </ul>	
	Reativa/ Deletéria	<ul> <li>Quartzo deformado, com extinção ondulante (não foi possível medir o ângulo); e</li> <li>Quartzo microcristalino: &gt;5%</li> </ul>	<ul> <li>Quartzos microcristalinos (1-3%)</li> </ul>	
Estado de alteração		Ausente		
Deformação do agregado		<ul> <li>Quartzo deformado e contatos suturados</li> </ul>	-	
Tipo de rocha		Sedimentar		
Classif. petrográfica		Cascalho	Areia	
Reatividade potencial		Potencialmente Reativo	Potencialmente inócuo	

![](_page_105_Figure_1.jpeg)

**Figura 4.12:** Fotomicrografias dos agregados G2 e G3, com presença de feldspatos (F), mica (M), quartzo (Q), biotita (B) e mirmequitas (Mi). Nicóis cruzados. Ampliação de 10x

![](_page_105_Figure_3.jpeg)

**Figura 4.13:** Fotomicrografia de B1 e B2 o qual se observa vidro vulcânico (V), piroxênio (P), plagioclásio (PL), Feldspatos (F) e opacos (O). Nicóis cruzados. Ampliação de 40x (a) e 10x (b).

![](_page_105_Figure_5.jpeg)

**Figura 4.14:** Fotomicrografia de B2 e S1 com o qual se observa vidro devitrificado (V), quartzo microcristalino (Qm) entre cristais maiores de quartzo, respectivamente. Nicóis cruzados. Ampliação de 40x (a) e 10x (b).

Os agregados B1 e B2 foram caracterizados como rochas ígneas do tipo basalto, sendo identificada a presença da mesóstase silicosa (vidro vulcânico ou devitrificado) em sua composição. Este componente mineral caracteriza-se por possuir uma baixa cristalinidade (amorfo), sendo um fator preponderante no indicativo do potencial reativo deste tipo litológico.

No grupo dos basaltos também foi observada a presença de argilominerais, que contribuem para a ocorrência da RAA, pois se tratam de silicatos hidratados de alumínio extremamente solúveis (THIECHER, 2008). Além disso, existem alguns argilominerais expansivos (esmectita e ilita) que podem também comprometer a durabilidade do concreto produzido.

As amostras G2 e G3 foram identificadas como rochas metamórficas do tipo granito gnáissico e gnaisse cataclasado, respectivamente. Em G2 foi identificado a presença quartzo e feldspatos, apresentando quartzo pouco deformado em função do ângulo de extinção ondulante. A amostra G3 apresentou quartzo com muita extinção ondulante, havendo a formação de quartzo microcristalino, indicando que esse mineral apresenta-se bastante deformado. Nesta amostra, também foi observado à ocorrência de feldspatos alcalinos e plagioclásios, minerais que podem favorecer o desencadeamento do RAA por possuírem componentes químicos (Ca, K e Na) que venham a ser liberados no concreto (VAN AARTDT; VISSER; CONSTATIER; DIAMOND, 1976 apud THIECHER, 2006). Além disso, também foi identificada a ocorrência de argilominerais. Ambas as amostras foram caracterizadas como potencialmente reativas aos álcalis do cimento.

As amostras S1 e M2 foram identificadas como materiais de origem sedimentar. O seixo S1 apresentou a presença de quartzo microcristalino (>5%) e deformado, fato que possibilitou caracterizar o material como potencialmente reativo, ao passo que M2 foi identificado como potencialmente inócuo, em virtude da ocorrência pouco significativa de minerais reativos.

4.2.3 Análise cristalográfica dos minerais por DRX

O emprego do DRX na análise mineralógica das rochas também foi utilizado para

complementar as análises petrográficas, uma vez que esta técnica possibilita identificar a presença de grande parte dos minerais presentes na rocha e de difícil constatação na microscopia. Os resultados de caracterização cristalográfica dos agregados estudados estão indicados no ANEXO A, sendo feita as devidas considerações nos parágrafos a seguir.

Os basaltos B1 e B2 apresentaram características cristalográficas importantes. Em ambas as amostras foi identificada a presença pouco expressiva de quartzo, indicando que a mesóstase das amostras apresenta sílica. Adicionalmente foram observados os seguintes minerais constituintes: augitas (piroxênio), plagioclásio (albite e andesina), magnetita e k-feldspatos.

Os agregados G2 e G3 apresentaram a presença de quartzo como mineral principal e feldspatos alcalinos (ortoclase e microclina) além de plagioclásios (albite e andesina) estando em concordância com os minerais encontrados na análise petrográfica.

Os padrões cristalográficos dos agregados S1 e M2 foram similares ao encontrado anteriormente no agregado de T3, identificando o quartzo como fase cristalina predominante e confirmando a origem sedimentar destes agregados.

Nas análises difratométricas também foram observadas algumas estruturas cristalinas de interesse, por apresentarem potássio e cálcio em sua composição, os quais podem ser suscetíveis a identificação no teste colorimétrico com o cobaltonitrito e a rodamina B base (item 3.5). A Tabela 4.13 apresenta os principais minerais identificados nos agregados:

Amostro	Componentes Minerais			
Amostra	Amostra	Comum	Interesse*	
G2	Quartzo, Albite, Orthoclase		Orthoclase	
G3	Quatzo, Albite, Annita e Microclina		Microclina e Annita	
B1	Quatzo, Albite, Augita, Magnetita e Andesita	Quartzo/ Albite	-	
B2	Quartzo, Albite, Augita, K-feldspato, Andesita		K-feldspato	
S1	Quartzo	Quartzo	-	

 Tabela 4.13: Componentes cristalinos presentes nos agregados

\*Minerais com presença de potássio e cálcio
4.2.4 Ensaios acelerados em barras de argamassa (NBR 15577-4)

Os ensaios acelerados em barras de argamassa foram realizados com agregados de diferentes formações litológicas. O agregado britado API foi inserido nos ensaios para possibilitar a avaliação do potencial reativo da areia M2 (NBR 15577-4), sendo confirmada potencialmente inócua até 28 dias de ensaio em solução alcalina.

Os ensaios de reatividade foram realizados até a idade de 60 dias, com intuito de observar o comportamento reativo dos agregados até o limite especificado. Os resultados obtidos seguem apresentados nas Figuras 4.15 e 4.16.



Figura 4.15: Reatividade Potencial dos agregados M2 e API.



Figura 4.16: Comportamento reativo dos agregados estudados.

Os ensaios acelerados indicaram a maior tendência à reação nas amostras B1 e B2, possuindo expansões elevadas nas primeiras idades, sendo aos 16 dias facilmente caracterizados como potencialmente reativos.

Na amostra B1 notou-se um crescimento acelerado até 16 dias, seguindo de uma atenuação das expansões nas idades subseqüentes, ao passo que B2 possuiu expansões elevadas até aos 60 dias de ensaio.

Nos granitos G2 e G3, observou-se um crescimento linear das expansões, onde a tendência reativa foi observada somente em G3 aos 30 dias, enquanto que G2 manteve-se inócuo até o final do ensaio. Já no seixo S1 apresentou o mesmo comportamento de G3, sendo caracterizado como agregado potencialmente reativo.

No agregado API foi notória sua potencialidade inócua até os 30 dias de ensaio, sendo, contudo, observada pequenos incrementos de expansão nas últimas idades.

O agregado miúdo M2 foi classificado como potencialmente inócuo aos 30 dias, sendo passível de utilização nos ensaios em prismas de concreto. Contudo, foi observada uma elevação das expansões até o final dos ensaios, indicando uma tendência reativa aos 60 dias, com possível contribuição do agregado API.

A análise macroscópica das barras de argamassa indicou aspectos comuns de boa aderência e coesão. Nas barras de argamassa G3, B1 e B2 foram observadas inflexões e fissurações contínuas ao longo das barras, provavelmente decorrentes dos efeitos expansivos da RAA, conforme apresentado na Figura 4.17.



Figura 4.17: Mapeamento de fissuras e curvatura em G3, B1 e B2.

A análise microscópica indicou na maioria das barras de argamassa, a presença de

poros incorporados e freqüentemente preenchidos com xerogel.

Destaca-se que as barras de argamassa constituídas pelo agregado S1 apresentaram uma alteração na textura do próprio material e um preenchimento de grande parte dos poros da argamassa. Em alguns casos, observou-se a formação de um anel vítreo ao redor dos poros preenchidos (Figura 4.18).



Figura 4.18: Análise microscópica da barra S1. a) Esfacelamento do agregado após 60 dias de ensaio e b) formação de um anel ao redor dos poros.

O esfacelamento do agregado na barra de argamassa pode estar relacionado ao fato de S1 ser constituído tão somente por quartzo (SiO<sub>2</sub>), que quando submetido ao ambiente agressivo de ensaio reage quimicamente (RAA), alterando sua estrutura química e propriedades físicas, de maneira a fragilizar o material.

#### 4.2.5 Ensaios acelerados em prismas de concreto (NBR 15577-6)

As dosagens elaboradas nos prismas de concreto (item 3.2.6) e as características físicas obtidas no estado fresco seguem apresentadas na Tabela 4.14:

Agregados		G2	G3	B1	B2	S1	
Composição (kg/m³)	Agregado graúdo	1061	1100	1185	1167	1213	
	Agregado miúdo - M2	675	679	676	696	516	
	Água	194,7	192	194,2	191,2	193,7	
	Cimento padrão - ABCP	420					
	Relação a/c	0,45					
	Aditivo NaOH (g)	15,415					
Propriedades do concreto fresco	Temperatura ( <sup>0</sup> C)	25,9	26,7	23,2	24,4	23,0	
	Abatimento (cm)	4,4	3,0	5,9	3,7	7,0	
	Ar incorporado (%)	2,1	2,5	2,5	1,7	1,7	
	Massa específica (kg/m <sup>3</sup> )	2,384	2,420	2,492	2,516	2,403	

Tabela 4.14: Dosagens utilizadas nos prismas de concreto

Os traços produzidos apresentaram um teor de incorporação de ar entre 1,7 a 2,5% e abatimentos da ordem de 3,0cm a 7,0cm, decorrentes das características físicas e geométricas de cada material.

Os prismas de concreto foram submetidos aos ensaios para aceleração da RAA nas temperaturas de 38<sup>o</sup>C e 58<sup>o</sup>C. Os resultados obtidos de expansão e controle de peso são representados graficamente nas Figuras 4.19 à 4.21.



Figura 4.19: Expansões e pesos dos prismas de granitos G2 e G3 em T= 38°C e T= 58°C



Figura 4.20: Expansões e pesos dos prismas do seixo S1 e areia M2 em T= 38°C e T= 58°C



Figura 4.21: Expansões e pesos dos prismas dos basaltos B1 e B2 em T= 38°C e T= 58°C

A partir dos resultados de reatividade puderam-se observar comportamentos expansivos diferenciados para cada tipo de agregado e temperatura de exposição do ensaio.

Os prismas de concreto compostos por G2 e G3 submetidos a T=  $58^{\circ}$ C apresentaram expansões superiores ao ensaio de 38 °C. O parecer potencialmente reativo foi observado em T=  $58^{\circ}$ C, ao passo que em T=  $38^{\circ}$ C foi notada uma evolução das expansões, atingindo no fim de um ano valores máximos da ordem de 0,02%, sendo caracterizado como potencialmente inócuo para esta temperatura.

Na amostra S1 foi constatado um parecer potencialmente reativo em ambas as temperaturas, apresentando um comportamento expansivo mais acentuado aos 58°C e gradual aos 38°C. A areia M2 mostrou-se potencialmente inócua para ambas as temperaturas, indicando positivamente um efeito expansivo irrisório do agregado miúdo, evitando dessa forma, sobreposições de expansões deste material com os agregados graúdos estudados nos demais prismas de concreto.

O grupo B1 e B2 apresentou característica potencialmente inócua para o ensaio a 58°C, em oposição a 38°C, na qual o agregado B1 indicou-se um potencial reativo após 9 meses de ensaio, enquanto que B2 apresentou um crescimento gradual nas últimas leituras, sendo este caracterizado como potencialmente inócuo.

Em todas as amostras foi observado para os ensaios de 38<sup>0</sup>C um ganho gradual de peso, efeito favorável a ocorrência da RAA devido à presença de umidade no interior do concreto. Este fato tornou-se evidente no grupo dos granitos, onde a elevação de peso nos prismas de G3 após 4 meses de ensaio em relação a G2 possibilitou uma inversão no quadro de expansões.

Nos ensaios a 58<sup>o</sup>C notou-se um aumento de peso pouco significativo nos primas, efeito inversamente notado nas amostras B1, B2 e M2 onde foram observadas reduções gradativas deste parâmetro. No caso destas amostras, este comportamento pode explicar a redução das expansões no concreto, visto a perda parcial da água interna do mesmo e a conseqüente diminuição da reação, acelerada quimicamente pela temperatura do ensaio.

A linha tracejada em alguns gráficos de percentual de peso representa pontos desconsiderados, visto sua dispersão em relação ao comportamento das amostras.

Em função do estudo na temperatura de 58ºC fez-se necessária uma análise

comparativa em períodos de interesse (3 e 4 meses) em relação ao ensaio convencional a 38ºC. Estas comparações são relevantes em organizações como ASTM, CSA, RILEM e ABNT, pois avaliam a versão de 58ºC e possibilitam o uso do ensaio como potencial indicador da RAA no concreto.

No ANEXO B são apresentados os dados de expansão das duas séries de ensaios, sendo na Figura 4.22 mostrado o gráfico comparativo entre ensaio de 58<sup>o</sup>C nos períodos de 3 e 4 meses e 38 <sup>o</sup>C com 1 ano de ensaio.



**Figura 4.22**: Comparativo das expansões (NBR 15577-6): 3 e 4 meses de expansão à 58<sup>o</sup>C vs 1 ano à 38<sup>o</sup>C.

Observa-se neste gráfico, que aos 3 meses de ensaio têm-se dois pontos potencialmente reativos e três potencialmente inócuos, aos 4 meses, três pontos potencialmente reativos, estando um deles sobre a linha limite. Desse modo tem-se que a menor idade para uma avaliação consistente do potencial para a RAA pelo método acelerado dos prismas foi de 4 meses de exposição à 58<sup>o</sup>C.

As barras de concreto também foram inspecionadas visualmente, sendo notadas somente em alguns prismas submetidos a 58°C, formações de eflorescências e desgastes na superfície do concreto, ao passo que nos prismas expostos à 38°C foram observados pontos escuros e ocorrência de eflorescências. Estas observações macroscópicas dos concretos são apresentadas nas Figuras 4.23 a 4.25.



A análise macroscópica nas amostras G2 e G3 indicaram freqüentes desgastes superficiais e eflorescências pontuais e longitudinais e fissurações expressivas em

todas as barras.

No concreto M2 e B1 notou-se que o desgaste superficial pouco expressivo, sendo, no caso de M2, freqüente em todas as barras, poros com bordas de coloração mais escura que o restante da amostra. Na amostra B2 não foi observado nenhum evento degenerativo.

O concreto S1 foi o que visualmente apresentou uma maior degradação superficial, sendo notórios desgastes superficiais, eflorescências pontuais e fissuras contínuas nestas regiões. Em função da formação elevada de eflorescências nos prismas de concreto de S1, realizou-se a coleta deste material, seguido da triagem em microscópio estereoscópico e posterior análises químicas por absorção atômica (AA) e cristalográfica por DRX. O resultado da análise difratométrica segue apresentada no ANEXO A e a constituição química deste material é indicada na Tabela 4.15:

	-		
Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1,85%	4,67%	1,24%	0,00%

Tabela 4.15: Análise química das eflorescências de S1

A análise difratométrica indicou a presença de material amorfo na amostra (entre  $20^{\circ}$  e  $30^{\circ}$ ), além da presença de compostos além de carbonatos na forma de aragonita e calcita, possivelmente formados com a exposição da amostra com o ambiente – fixação com o CO<sub>2</sub>. Também foi observada a presença de hidróxido de cálcio, quartzo (SiO<sub>2</sub>) e magnésio (MgO).

O padrão difratométrico do material apresentou uma grande diversidade de compostos químicos, o que dificultou a análise íntegra do material, devida ocorrência da sobreposição de picos cristalográficos.

A análise química do material lixiviado mostrou uma concentração de álcalis de 6,57%, indicando uma redução alcalina nos prismas de concreto, possivelmente ocasionada pela formação de águas puras na temperatura de 58<sup>0</sup>C, formada pela evaporação da água no fundo do recipiente de armazenamento dos prismas e posteriormente condensada sobre os mesmos, percorrendo os poros e transportando os compostos disponíveis na pasta.

Contudo, a diminuição alcalina observada nos concretos não influenciou no indicativo da potencialidade reativa dos prismas de S1, fato observado nos ensaios de expansão.

Os comportamentos observados mostraram-se em oposição aos estudos iniciais de Folliard et al. (2004), indicando que a lixiviação pode não estar relacionada à redução das expansões no concreto pela diminuição de álcalis e cálcio da massa e sim, a constatação da ocorrência da deterioração externa nos prismas de concreto possivelmente decorrente do condicionamento dos prismas em ensaio.

#### 4.2.6 Análise petrográfica dos prismas de concreto (NBR 15577-3)

A análise petrográfica foi realizada na ABCP nos prismas de concreto B1, G2 e S1, estudados em T=60 <sup>0</sup>C e caracterizados por apresentar diferentes formações litológicas. A análise microscópica em lâminas delgadas objetivou analisar nas amostras aceleradas algumas regiões de interesse afetadas pela reação (poros do concreto e interface pasta/agregado).

As observações por microscopia ótica indicaram a presença de fissuras microscópicas na argamassa e nos agregado dos prismas de concretos, além da presença de poros preenchidos com xerogel e finas de bordas de reação. Dentre as amostras analisadas, apenas em B1 foram identificados indícios de poros com etringita (Figura 4.26).



Figura 4.26: Aspecto do concreto no qual se observa poros esféricos na argamassa preenchidos com cristais de etringita (E). Ampliação 40x.

#### 4.2.7 Microanálises em testemunhos e amostras aceleradas

Após as visualizações a olho nu e via microscopia estereoscópica dos testemunhos de concreto, barras de argamassa e prismas de concreto, foram separados fragmentos com presença de possíveis bordas de reação e poros totalmente e semi preenchidos com xerogel.

Nas amostras do xerogel T1.1 e testemunhos de concreto T1.2, T2 e T3 foram realizadas observações microestruturais por MEV e microanálises com EDS. Na amostra T1.1, caracterizada como um carbonato de cálcio nas análises físicoquimicas, observou-se uma estrutura cristalina composta basicamente por cálcio, ao passo que nos poros dos testemunho T1.2 (Figura 4.28) foi encontrado a presença de estruturas do tipo rosetas no xerogel silico-cálcico-alcalino da RAA, similares as observadas por Larrañaga (2004).

Na amostra T2, que apresentava poros pouco preenchidos com grumos de xerogel, notou-se a predominância de estruturas aciculares, comumente associadas à etringita secundária (Figura 4.29). A microanálise por EDS nestas estruturas indicou a presença de alumínio, sulfato e cálcio, além de sílica e potássio, mostrando também a possível presença de silicatos de cálcio alcalinos em sua composição. Tais estruturas também foram observadas em poros pouco preenchidos de T1.2 e T3, apresentando-se também presentes em meio a produtos da RAA.

A análise microestrutural realizada na amostra T3 identificou estruturas com geometria cúbica, característica de CaO, sendo confirmada pelo EDS (Figura 4.30). Tais estruturas formam encontradas em meio a estruturas cristalinas constituídas por cálcio, potássio e sílica, relacionadas ao xerogel sílico-cálcio-potássico da RAA.



Figura 4.27: Micrografia da amostra T1.1xerogel de carbonato de cálcio



**Figura 4.29:** Micrografia indicando a presença de acículas nos poros de T2



Figura 4.31: Micrografia do xerogel presente nos poros de T3.



Figura 4.28: Micrografia dos produtos cristalizados nos poros da amostra T1.2



Figura 4.30: Microanálise do xerogel T2 (ponto A), possível etringita.



Figura 4.32: Microanálise do óxido de cálcio (ponto A) presente no xerogel.

Nas barras de argamassa foram identificados produtos com composição sílicocálcico-alcalinas em poros preenchidos com xerogéis gretados e maciços (Figura 4.35 e 4.37), além de produtos de hidratação de CH e C-S-H (Figura 4.38) e etringita secundária em poros semi preenchidos (Figura 4.33). A presença de etringita secundária foi verificada nas barras de argamassa B1, B2 e S1, fato possivelmente relacionado ao deslocamento de íons sulfatos em regiões porosas onde ocorre a formação do "gel" hidratado da RAA.

Segundo Owsiak (2003), a co-existência de etringita secundária e "gel" da RAA, indicam um estágio avançado da reação, fato este possivelmente relacionado à barras de argamassa com expansões elevadas.

Outra possibilidade da formação da etringita pode estar associada à exposição das barras de argamassas à temperatura elevada de 80 °C, visto que sua ocorrência é comum em processos de cura térmica de concretos para estruturas pré-moldadas.



Figura 4.33: Micrografia indicando a presença de acículas nos poros de B1.



nos poros da barra G2.



Figura 4.34: Microanálise por EDS das acículas (ponto A) do concreto de B1.



Figura 4.35: Micrografia do xerogel gretado Figura 4.36: Microanálise por EDS do xerogel gretado.



Figura 4.37: Micrografia do preenchido com xerogel maciço.

Figura 4.38: Diversidade de estruturas observadas na barra S1.

Nos prismas de concreto submetidos ao estudo de temperatura de 38°C e 60°C foram notadas ocorrências de estruturas diversificadas nos concretos moldados com o mesmo agregado.

O concreto B1 nas duas temperaturas e B2 em T=60<sup>o</sup>C foi notado poucas estruturas cristalinas nos poros do concreto, apresentando poros com estruturas compostas por cálcio e sílica, possivelmente relacionados a C-H, além do xerogel silico-cálcico-alcalino na forma maciça da RAA, sendo, contudo em T=60<sup>o</sup>C, observadas a presença de etringita em meio a produtos cristalinos.

Os concretos G2 e G3 ensaiados para as duas temperaturas apresentaram a ocorrência de estruturas silico-cálcico-alcalino e acículas de etringita (Figura 4.40), sendo observado na temperatura de 60<sup>0</sup>C formações de conglomerados de etringita isolados nos poros do concreto (Figura 4.41).

Nos prismas de S1 apresentou estruturas cristalinas com elevado teor de cálcio, indicando a possível presença de carbonatos, além de estruturas compostas por silício, potássio, alumínio, cálcio, ferro e magnésio, sendo relacionadas a possível ocorrência de xerogel sílico-cálcico-alcalino e ferro-aluminatos nos poros do concreto.



Figura 4.39: Micrografia do poro da amostra B1 T=38 °C

**Figura 4.40:** Micrografia dos produtos cristalizados no poro da amostra G2 T=38 <sup>o</sup>C



**Figura 4.41:** Micrografia do conglomerado de acículas nos poros de G2 T=60 <sup>0</sup>C

**Figura 4.42:** Micrografia indicando a presença de acículas nos poros de T2

#### 4.3 Ensaios com kit colorimétrico

#### 4.3.1 Impregnação em agregados graúdos

Os agregados extraídos dos testemunhos de concreto afetados pela RAA e os empregados nos ensaios acelerados foram impregnados com os reagentes químicos do kit colorimétrico, avaliando-se a ação destes reagentes nas rochas estudadas. As análises visuais seguem ilustradas na Figura 4.43:



**Figura 4.43**: Teste colorimétrico em rochas. a) Teste positivo com Na-cobaltonitrito para T1.2-A2 , b), c) e d) Teste positivo com rodamina B base para T1.2-A2, B1 e G3, respectivamente

Os resultados mostraram que a solução de Na-cobaltonitrito identificou apenas o agregado T1.2-A2, ao passo que para a rodamina B base, os agregados T1.2-A2, B1 e G3 tiveram impregnação por este reagente. Este comportamento aponta que a identificação nos agregados não é decorrente da RAA e sim da presença de íons de potássio e cálcio livres na superfície destes materiais que interagiram com os reagentes do kit.

Alguns agregados mostraram na análise química teores de potássio (G3) e cálcio (B2, G2 e T2) consideráveis, contudo não foram identificados pelos reagentes colorimétricos, fato possivelmente relacionado à ausência de íons K<sup>+</sup> e Ca<sup>2+</sup> disponíveis na composição do agregado.

#### 4.3.2 Testes de identificação de patologias em xerogéis

Os xerogéis estudados foram submetidos ao teste de pH, ataque com ácido clorídrico e aplicação dos agentes tonificantes do kit colorimétrico. Foi utilizado um padrão de carbonato de cálcio, com pureza de 98%, para comparar visualmente seu comportamento com o xerogel T1.1 frente à aplicação dos reagentes químicos. Os resultados seguem apresentados na Tabela 4.16 e nas Figuras 4.44 e 4.45.

			0		
Vorogol	Indicativo de cor		Cor - agentes colorimétricos		
reiogei	(fenolftaleína)	Alaque com HCI (15%)	Cobaltonitrito	Rodamina	
Padrão	Incolor (básico)	Efervescência intensa	Incolor	Incolor	
T1.1	Incolor (básico)	Efervescência intensa	Incolor	Incolor	
T1.2	Violeta (ácido)	Pouca efervescência	Amarelo	Alaranjado	
Т3	Violeta (ácido)	Pouca efervescência	Amarelo	Alaranjado	

Tabela 4.16: Resultados dos testes com xerogéis



(a) Amostra padrão e (b) Amostra T1.1



Figura 4.45: Avaliação do pH com o indicador de fenolftaleína.

A aplicação do agente do indicador de pH e o HCl, apontaram um comportamento distinto entre xerogéis de origem carbonática e sílico-alcalina, provocando no primeiro uma elevada efervescência e indicação de acidez (incolor), ao passo que no segundo grupo ocorreu um comportamento inverso. O efeito de efervescência observado na amostra padrão e T1.1 (eflorescência) são decorrentes da liberação de CO<sub>2</sub> pela ação do HCl, característico de carbonatos, além disso, estes materiais apresentaram um pH básico, fato que possibilitou uma distinção dos xerogéis da RAA estudados.

O emprego dos reagentes de cobaltonitrito de sódio e da rodamina B base, identificaram apenas os xerogéis oriundos dos testemunhos constituídos por granito e seixo (amostras T1.2 e T3, respectivamente), tonificando-os com as colorações amarela e alaranjada. O reagente rodamínico, caracterizado por indicar a presença de cálcio, não alterou a coloração da amostra T1.1 - caracterizada quimicamente por apresentar 54% de cálcio em sua composição. Este fato está associado à baixa disponibilidade dos íons Ca<sup>2+</sup> em reagir, uma vez que se encontra na forma carbonatada, impossibilitando a ação direta do composto rodamínico.

Com o intuito de avaliar a distinção de cores pelos reagentes do kit colorimétrico, realizou-se caracterizações visuais pelo microscópio estereoscópico nas amostras T1.1, T2 e T3, mantendo-se uma mesma taxa de iluminação e a ampliação no equipamento. Os resultados são apresentados na Figura 4.46.



**Figura 4.46:** Análise microscópica dos xerogéis T1.2 e T3 submetidos à impregnações com os regentes do kit colorimétrico. a) e c) T1.2 e T3 após o tratamento com Na-cobaltonitrito, respectivamente, b) e d) T1.2 e T3 após o tratamento com Na-cobaltonitrito e rodamina B base, respectivamente.

A partir das análises microscópicas, pode-se notar diferenças nas colorações dos xerogéis submetidos ao Na-cobaltonitrito, sendo a cor amarela da amostra T1.2 mais intensa que T3. Este fato pode estar relacionado a maior disponibilidade de íons potássio do xerogel, visto que as análises químicas por AA e semi-quantitativa por EDS indicaram teores de potássio superiores no xerogel de T3 em relação à T1.2.

Outro aspecto relevante foi a alteração de cor das amostras após a aplicação seqüencial da rodamina B base (Figura 4.46b e d), atingindo tons mais escuros e com aspecto alaranjado, indicando a presença de cálcio na composição das amostras, fato também confirmado nas análises por AA e microanálises.

#### 4.3.3 Testes em testemunhos e amostras aceleradas

#### 4.3.3.1 Testemunhos de concreto

A aplicação do kit colorimétrico foi realizada nos testemunhos de concreto T1.2, T2 e T3, sendo que para cada testemunho foram extraídos 3 fragmentos de dimensão máxima de 3,0 x 3,0 cm. O uso das soluções saturadas do kit possibilitou avaliar a presença da RAA em regiões onde apresentavam a ocorrência de "géis" ou xerogeís.

Foram feitas observações macroscópica a olho nu e microscópica (estereoscópico) em fragmentos aplicados inicialmente com o Na-cobaltonitrito e posteriormente com a rodamina B base. Os resultados são ilustrados nas Figuras 4.47 a 4.51.



Figura 4.47 Aplicação do Na-cobaltonitrito em T1.2 a) Bordas de reação em torno do agregado graúdo e b) Identificação de poros preenchidos com xerogel.







**Figura 4.49:** Análise microscópica de T1.2 submetido ao teste da mancha. a) Identificação do poro preenchido com xerogel da RAA (ponto 1) e b) Comportamento em poro semi preenchido (ponto 2).



Figura 4.50: Aplicação do Na-cobaltonitrito em T1.2. a) Cor avermelhada em poros semi preenchidos com xerogel e b) Detalhe do xerogel.



Figura 4.51: Aplicação do Na-cobaltonitrito em T2. a) Cor vermelha clara nos grumos de xerogel e b) Detalhe do xerogel.

A aplicação do Na-cobaltonitrito no concreto indicou a presença da reação nos testemunhos de concreto T1.2 e T3, sendo identificadas a presença a coloração amarela em poros preenchidos com xerogel e em bordas de reação nos agregados (Figura 4.47b), demonstrando um ótimo desempenho do reagente empregado. Este resultado inicial possibilitou diagnosticar a presença da RAA nestes concretos.

Contudo foi notado na amostra T2, caracterizada por possuir somente poros pouco preenchidos (grumos de xerogel), que o reagente não produziu a coloração amarela esperada ou em alguns poros gerou tons róseos claros nas partículas de xerogel (Figura 4.51a). Este fato também ocorreu em alguns poros do concreto T1.2 (Figura 4.51a), sendo observados também grumos de xerogel com regiões amareladas (Figura 4.50b).

A ocorrência da coloração rósea pode estar associada à presença de hidroxilas suscetíveis a formação do Co(OH)<sub>2</sub> nos xerogéis presentes no substrato, ou a presença de potássio em níveis muito baixos nos grumos de xerogel, de maneira a reduzir a ação do reagente nestas regiões, não alterando sua coloração.

O uso subseqüente da rodamina B base nas amostras T1.2 e T3, provocou uma alteração na cor original dos poros preenchidos com xerogel tornando-os alaranjados, além de distinguir frentes de evolução do gel da RAA nos poros totalmente preenchidos (Figura 4.49a) e em interfaces de agregados. Também foram observadas algumas fissuras na argamassa, decorrentes do mecanismo de degradação da reação.

Outro comportamento notório foi a impregnação de poros anteriormente não

identificados pelo reagente de cobalto nas amostras T1.2 e T2 (Figuras 4.48a e 4.49b), mostrando que os grumos de xerogel nos poros apresentavam íons cálcio em sua composição e possíveis níveis irrisórios de íons potássio. Este fato foi confirmado pelas análises microestruturais anteriormente realizadas, as quais indicaram em tais regiões a ocorrência de etringita secundária.

Assim como citado em estudos de Guthrie e Carey (1992), nas amostras de testemunhos estudados também foram observados freqüentes espalhamentos da rodamina B base em regiões da argamassa não afetadas pela reação, possivelmente associadas à presença de compostos hidratados de cálcio ou regiões generalizadas da pasta deteriorada, as quais sofreram aumento de permeabilidade.

#### 4.3.3.2 Barras de argamassa – NBR 15577-4

As barras de argamassa foram impregnadas com os reagentes químicos para análise da presença da RAA nas amostras aceleradas em laboratório, além da análise da frente de evolução do "gel" da reação em interfaces pasta/agregado e do comportamento do xerogel formado nas barras após a finalização dos ensaios.

As análises realizadas mostraram que as barras de argamassa apresentaram-se tonificadas após a aplicação dos reagentes, sendo macroscopicamente observável apenas a cor rósea da rodamina B base na superfície aplicada.

Em função da dificuldade de visualização a olho nu, optou-se pelas visualizações em microscópio estereoscópico, as quais possibilitaram uma avaliação mais adequada da identificação da RAA nas barras de argamassa submetidas ao ensaio da mancha, sendo fundamental no estudo da reação ao longo do tempo, realizado nos segmentos das amostras B1, G3 e S1. Na Figura 4.52 segue apresentado o resultado obtido:



Figura 4.52: Desenvolvimento da RAA em barras de argamassa ao longo do tempo (dias) e expansão (e).

O estudo da RAA nos segmentos das barras de argamassa identificou comportamentos diferenciados com a aplicação dos reagentes colorimétricos nos poros e na argamassa e para cada litologia estudada.

Na amostra B1 foi observada a presença de xerogel da RAA, identificada com tom amarelado do reagente, sendo também encontrados xerogéis brancos, róseos e amarelos em poros da argamassa aos 30 dias de ensaio. Na idade 44 dias foram identificados apenas poros com xerogel de cor rosa e amarela, fato também observado aos 58 dias, sendo nesta idade notados poros totalmente preenchidos.

Nos segmentos de G3, a identificação da RAA foi pouco notória em poros da argamassa nas idades de 30 e 44 dias, sendo somente aos 58 dias, notada a presença freqüente poros parcialmente preenchidos com xerogel e uma maior impregnação da rodamina B base na pasta e poros do concreto. Em todos os estágios de observação não foram notados poros totalmente preenchidos com xerogel.

Na amostra S1 foi observada aos 16 dias de ensaio, a ocorrência do gel da reação,

pela identificação dos reagentes colorimétricos. Na idade de 30 e 58dias, foram notados poros com xerogel de cores rósea e alaranjado, além da identificação de regiões degradadas na argamassa com cores amarela à alaranjado.

As barras de argamassa B2 e G2 também foram notadas a presença de poros impregnados com os reagentes colorimétricos em poros com total e parcial preenchimento de xerogel.

Em todas as amostras não foram notadas frentes de evolução do "gel" em interfaces agregado/argamassa, fato possivelmente relacionado à dimensão e volume dos agregados empregados nas barras de argamassa. Contudo, foi notória a ocorrência de xerogéis de composição diversificada, confirmado pela ocorrência de colorações róseas (ricos em Ca<sup>2+</sup>) e amarelas (ricos em K<sup>+</sup>) em poros presentes na argamassa.

#### 4.3.3.3 Prismas de concreto – NBR 15577-6 e modificado

Os prismas de concreto submetidos aos ensaios de 38°C e 60°C também foram testados com os reagentes do kit colorimétrico e, em função da ocorrência de eflorescências nos prismas de 60°C, também foi realizado testes com fenolftaleína nesta série para verificar alterações do pH da massa de concreto.

Nos ensaios com o kit, foi realizada uma série de impregnações somente com Nacobaltonitrito e outra aplicando em seguida a rodamina B base. Estes ensaios foram realizados em fragmentos de dimensão máxima de 3,0x3,0cm, sendo os resultados apresentados nas Figuras 4.53 e 4.54.





Figura 4.53: Testes com Na-cobaltonitrito em prismas de concreto. Amostras de  $60^{\circ}$ C de G3 (a) e S1 (b) e de  $38^{\circ}$ C de G3 (c) e S1 (d).





**Figura 4.54:** Teste completo com os reagentes colorimétricos nos prismas de concreto. Amostras de 60°C de G3 (a) e S1 (b) e de 38°C de G3 (c) e S1 (d).

As análises com os reagentes colorimétricos indicaram a presença da reação na maioria dos prismas de concreto estudados.

Nos prismas de concreto B2, G2 e G3 em T=38 e 60<sup>o</sup>C, tonificados com o reagente amarelo, foram identificados poros milimétricos semi e totalmente preenchidos com xerogel, além de nítidas bordas de reação em torno dos agregados, evidenciando a ocorrência da reação nestes concretos. Após a aplicação do composto rodamínico foi observado o espalhamento da cor rósea em toda a pasta e a alteração de cor dos xerogéis dos poros, favorecendo uma distinção das regiões afetadas pela reação.

Nos prismas de S1, ensaiados em T=60<sup>o</sup>C, a aplicação dos reagentes indicou um comportamento diferenciado das demais amostras, pois a identificação da reação pelo Na-cobaltonitrito tornou-se mais evidenciada em regiões onde houve descolamento do agregado, referentes a interfaces pasta/agregado, além de produzir em poros preenchidos com xerogel um tom amarelado escuro (Figura 4.53b). A aplicação secundária da rodamina B base, ocasionou um espalhamento na pasta e reduziu a visualização do reagente amarelo nas regiões de interface dos agregados, sendo, contudo notado a alteração de tonalidade dos poros com xerogel para cor alaranjada.

A amostra S1 de T=38<sup>o</sup>C apresentou um comportamento pouco expressivo da presença da RAA se comparado com de 60<sup>o</sup>C. A aplicação do reagente de rodamina B base provocou uma coloração rósea nas regiões onde houve o descolamento do agregado, indicando a presença de cálcio. Em função deste comportamento, realizou-se uma análise microestrutural em um fragmento oriundo destas regiões, sendo os resultados mostrados nas Figuras 4.55 e 4.56.



Figura 4.55: Micrografia do fragmento de extraído da interface agregado/pasta.



**Figura 4.56:** Microanálise por EDS (ponto A) da pasta do concreto S1 (T=38<sup>o</sup>C).

As análises nestas regiões indicaram a presença de silicatos de cálcio hidratado (C-S-H) e acículas de etringita em meio a vazios presentes na pasta, indicando a ação do reagente em regiões não afetadas pela RAA.

No caso dos prismas de concreto de B1 não foi observada a ação positiva dos reagentes colorimétricos, sendo realizadas repetições para confirmar este comportamento.

Os testes com fenolftaleína indicaram um pH básico para todos os concretos estudados, não sendo notória a presença de frentes de carbonatação na seção transversal dos prismas.

#### 4.4 Análise comparativa de metodologias de avaliação da RAA

Os resultados dos ensaios para as diferentes metodologias desenvolvidas para os agregados estudados seguem apresentados resumidamente na Tabela 4.17.

Amostras		Petrografia	Barras de argamassa	Prismas de concreto	
NBR 15577		Parte 3	Parte 4	Parte 6	Modificado
B1	Análise reativa nos ensaios	R	R	R	I
	Análise colorimétrica	-	Р	Α	Α
B2	Análise reativa nos ensaios	R	R	I	I
	Análise colorimétrica	-	P	P	Р
G2	Análise reativa nos ensaios	R	I	I	R
	Análise colorimétrica	-	Р	Р	Р
G3	Análise reativa nos ensaios	R	R	I	R
	Análise colorimétrica	-	Р	Р	Р
S1	Análise reativa nos ensaios	R	R	R	R
	Análise colorimétrica	-	Р	Р	Р

 Tabela 4.17: Resultados dos testes acelerados e da análise do teste da mancha.

Legenda:

R – Potencialmente Reativo, I – Potencialmente Inócuo,

P – Presença da RAA, A – Ausência da RAA

As análises realizadas indicaram a potencialidade dos materiais estudados quanto à potencialidade reativa, sendo observada a presença de xerogel da reação na maioria das amostras estudadas.

Os resultados dos testemunhos de concreto e do xerogel T1.1 também seguem sucintamente compilados na Tabela 4.18:

Amostras	Histórico Petrográfico	Teste da mancha		
		Xerogel amarelo	Xerogel rosa	Análise microestrutural
T1.1	-	A	A	Carbonato de cálcio
T1.2	R	Ρ	Ρ	Estruturas sílico-cálcico-alcalinas e acículas (etringita)
T2	R	A	Р	Estruturas aciculares (etringita)
Т3	R	Ρ	Р	Estruturas sílico-cálcico-alcalinas e acículas (etringita)

**Tabela 4.18:** Resumo da análise colorimétrica e microestrutural.

Os resultados obtidos indicaram a presença da RAA nos testemunhos afetados pela reação álcali-agregado. Na amostra T1.1, caracterizada como um carbonato de cálcio, possibilitou indicar a eficiência do método da mancha tão somente de xerogéis da RAA, ao passo que em T1.2 a ocorrência do xerogel de etringita foi apenas identificado pela rodamina B base, cuja ação atende aos requisitos de impregnação de outros mecanismos de deterioração.

# Capítulo

#### CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo são apresentadas as conclusões decorrentes do desenvolvimento do programa experimental proposto, do trabalho investigativo sobre a reação álcali agregado e dos aspectos relevantes sobre os reagentes colorimétricos.

#### 5.1 Análise do contexto

#### 5.1.1 Testemunhos de concretos deteriorados e material lixiviado

A análise laboratorial nos testemunhos de concreto permitiu identificar regiões afetadas por manifestações patológicas diversificadas. Os estudos dos xerogéis extraídos do interior dos testemunhos de concreto T1.2 e T3, constituídos respectivamente por agregados pelas litologias de granito e seixo, mostraram uma diversidade na composição físico-química destes materiais, fato também confirmado nas análises microestruturais pelo MEV/EDS e DRX.

O xerogel T1.1, retirado da superfície de uma estrutura de concreto com RAA, foi caracterizado como um carbonato de cálcio, possivelmente formado por um processo de lixiviação. Ao passo que para o testemunho T2, constituído por agregados do tipo basalto, foi constatado por microanálises, que os grumos de xerogel presentes nos poros eram compostos predominantemente por acículas de etringita, característica de ataque por sulfatos.

As diferentes escalas de observação utilizadas neste trabalho permitiram notar

formas diferenciadas de xerogéis nos poros do concreto, sendo nas observações em via microscopia ótica dos poros preenchidos e semi-preenchidos nos concretos associadas, por análises microestruturais, à estruturas cristalinas da RAA e etringita secundária, respectivamente.

Além disso, as visualizações microestruturais pelo MEV possibilitaram constatar a freqüentes coexistências de estruturas de etringita e produtos da RAA numa mesma região (poros), fato que tem sido freqüentemente constatado em pesquisas por outros países.

## 5.1.2 Ensaios acelerados em barras de argamassa e prismas de concreto

Os estudos em agregados submetidos aos ensaios de reatividade mostraram diversidades entre a potencialidade reativa nos ensaios em barras de argamassa e prismas de concreto para os litotipos de basalto e granito.

No caso do ensaio em barras de argamassa, apenas o granito G2 apresentou-se potencialmente inócuo à reação, apesar de diagnosticada através de análise petrográfica a presença de minerais reativos que o caracterizam como potencialmente reativo. Como segurança, adota-se um parecer potencialmente reativo para este material.

Os estudos de reatividade potencial em prismas de concreto para diferentes temperaturas mostraram uma relação entre o comportamento expansivo e a variação de peso das barras. Este fato foi comprovado nas amostras B1 e B2 que apresentaram reduções de peso em T=58<sup>o</sup>C e decorrente diminuição do nível de expansões, sendo que para os mesmos materiais submetidos a T=38<sup>o</sup>C, observouse incrementos de peso nas últimas idades e conseqüente elevação das expansões.

Este fato segue em concordância a teoria da ocorrência da reação em decorrência da presença dos componentes envolvidos: umidade, teor de álcalis no cimento e agregado reativo. Outro aspecto importante é que a formação de eflorescências nos prismas de concreto de 58<sup>0</sup>C está relacionada à forma de condicionamento das amostras, proporcionando fenômenos de lixiviação pela ação de águas puras. As análises realizadas no material lixiviado dos prismas de S1 indicam uma diminuição do teor de álcalis no concreto, fato que não afeta significativamente o nível de expansões dos materiais.

Em relação a idade de avaliação do ensaio em prismas de concreto, observou-se que a idade de 4 meses mostra-se mais interessante para diagnosticar a potencialidade reativa do agregado no ensaio acelerado a 58ºC.

No tocante à reatividade dos materiais, ambas as metodologias mostraram resultados favoráveis no diagnostico do potencial reativo dos materiais, sendo em alguns casos, necessária a realização de ensaios complementares para confirmação da reação.

#### 5.1.3 Método da mancha – análise qualitativa da RAA

Os reagentes químicos empregados na pesquisa, constituídos pelos reagentes de Na-cobaltonitrito e rodamina B base possibilitaram o diagnóstico da reação álcaliagregado em regiões afetadas dos testemunhos com RAA e amostras aceleradas em laboratório.

O uso do reagente de Na-cobaltonitrito em testemunhos identificou bordas de reação em interfaces pasta/agregado e em poros preenchidos com xerogel tornando-os amarelados, sendo confirmada nas análises microestruturais a presença de produtos da RAA nas regiões onde houve a ação dos reagentes.

A aplicação seqüencial da rodamina B base ocasionou o espalhamento da tonalidade rósea na pasta, além de alterar a coloração em regiões anteriormente identificadas pelo reagente amarelo, tornando-as alaranjadas.

Contudo, o comportamento do kit em alguns poros semi preenchidos indicou em tais regiões, a co-existência de reações com sulfatos. Este fato, foi comprovado nas análises microestruturais nos testemunhos de concreto T1.2 e T2 e no prisma de

concreto S1 (T=38<sup>0</sup>C), as quais evidenciaram a presença de estruturas aciculares (etringita) em regiões submetidas a impregnação com os reagentes colorimétricos.

Dessa forma foi evidente a identificação com a rodamina B base nestes poros, tornando-os róseos.

Outro aspecto relevante é o desempenho dos reagentes em xerogéis carbonáticos, mostrando-se inerte à identificação em reações de carbonatação.

A inserção do teste da mancha como diagnóstico de presença da reação nas amostras aceleradas, mostrou-se favorável, identificando regiões degradadas pela reação e evidenciando o desenvolvimento do "gel" da RAA em barras de argamassa.

#### 5.2 Conclusões

Em função das considerações e estudos realizados são feitas as seguintes conclusões:

- A composição de análises petrográfica e difratométrica mostra-se favorável no diagnóstico e entendimento dos minerais reativos que participam da reação;
- Os xerogéis extraídos de testemunhos de concretos constituídos por diferentes litologias apresentam composição química diversificada, comprovando a proposição de Taylor (1990);
- O método das barras de argamassa apresenta uma inconsistência no resultado de reatividade dos granitos, uma vez que em outros ensaios o mesmo foi caracterizado como potencialmente reativo;
- Os ensaios em prismas de concreto apresentam inconsistências no diagnóstico da reação para litologias granítica e basáltica;
- O ensaio em prismas de concreto à 60ºC mostra-se adequado para aceleração da reação, apontando na idade de 4 meses como favorável no indicativo do potencial reativo dos agregados;

- A utilização de ensaios combinados de avaliação mineralógica dos agregados (petrografia/DRX) e de interação agregado/cimento (ensaios acelerados) é imprescindível na conduta de verificação da potencialidade reativa do agregado;
- Na maioria dos ensaios realizados é evidenciada a co-existência da RAA e etringita secundária, sendo também comum nos testemunhos de concreto, indicando que tais fenômenos podem participar ativamente de efeitos expansivos em função das condições comuns entre patologias.
- O teste colorimétrico mostra-se como uma ferramenta orientativa satisfatória, apresentando distinções entre manifestações patológicas coexistentes no concreto tais como a RAA, a carbonatação e a etringita secundária;
- A identificação com o Na-cobaltonitrito apresenta um ótimo desempenho de identificação nas amostras estudadas, sendo claramente observados poros preenchidos com xerogel e bordas de reação;
- O uso isolado do Na-cobaltonitrito é suficiente para diagnosticar a presença da RAA em concretos afetados pela reação;
- Em termos de padronização do reagente de Na-cobaltonitrito, a intensidade da cor amarela não deve estar associada ao teor total de potássio presente no xerogel e sim aos íons disponíveis ou solúveis;
- O emprego do reagente de rodamina B base favorece a identificação de fissuras no concreto e de mecanismos de deterioração em amostras afetadas pela RAA, complementando a distinção observada com o Nacobaltonitrito;
- Ambos os reagentes químicos apresentam-se tóxicos em longos períodos de exposição, sendo de fácil disseminação na aplicação e exigindo o uso de equipamentos de proteção;

#### 5.3 Sugestões para pesquisas futuras

O desenvolvimento da pesquisa possibilitou a geração de algumas propostas para a realização de trabalhos futuros, com o intuito de abordar aspectos relevantes que não vieram a ser tratados na presente dissertação, sendo contudo, de grande importância para o desenvolvimento do método da mancha, a saber:

- Produzir em laboratório amostras submetidas à aceleração de reações de carbonatação e ataque de sulfatos, realizando séries de impregnações com reagentes colorimétricos e compatibilizando os resultados observados com análises microestruturais;
- Realizar estudos com os reagentes do kit RAA em testemunhos de concreto provenientes de diferentes estruturas (fundações, túneis, pavimentos e barragens) que apresentem um quadro de degradação da reação;
- Realizar a aplicação do kit RAA diretamente em estruturas que apresentem quadros de fissuração da RAA e avaliar procedimentos de aplicação do reagente em campo frente a aspectos relacionados à aplicação direta na superfície degradada ou extração do concreto;
- Desenvolver estudos relacionados aos métodos qualitativos (acetado de uranila e mancha) de identificação da RAA em campo em amostras de concreto, abordando aspectos de avaliação, viabilidade e custo.

### REFERÊNCIAS

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS- AASHTO. Handbook for the Identification of alkali silica reactivity in highway structures. Washington, DC, 2000. p. 25.

AGUIAR, J. E. **Avaliação dos ensaios de durabilidade do concreto armado a partir de estruturas duráveis**. 2006. 173 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-graduação em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

ANDRIOLO, F. R. **Reação álcali-agregado:** observação de âmbito internacional. In: SIMPÓSIO SOBRE REATIVIDADE ÁLCALI-AGREGADO EM ESTRUTURAS DE CONCRETO, 1., 1997, Goiânia. **Anais...** Goiânia: Cartográfica, 1997. p. 205.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 15577-3**: agregados: reatividade álcali-agregado: parte 3: análise petrográfica para verificação da potencialidade reativa de agregados em presença de álcalis do concreto. Rio de Janeiro, 2008. p. 8.

\_\_\_\_\_. NBR 15577-4: agregados: reatividade álcali-agregado: parte 4: determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado. Rio de Janeiro, 2008. p. 12.

\_\_\_\_\_. **NBR 15577-6:** agregados: reatividade álcali-agregado: parte 6: determinação da expansão em prismas de concreto. Rio de Janeiro, 2008. p. 16.

\_\_\_\_\_. NBR NM 248: agregados: determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003. p. 6.

\_\_\_\_\_. NBR NM 53: agregado graúdo: determinação da massa específica, massa aparente e absorção de água. Rio de Janeiro, 2003. p. 8.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 30:** agregado miúdo: determinação da absorção de água. Rio de Janeiro, 2001. p. 3.

\_\_\_\_\_. **NBR 7389:** análise petrográfica de agregado para concreto. Rio de Janeiro, 1992. p. 5.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 67:** concreto: determinação da consistência pelo abatimento de tronco de cone: Rio de janeiro, 1998. p. 7.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 47:** determinação do teor de ar em concreto fresco - Método pressiométrico. Rio de Janeiro, 2008. p. 23.

BENNETT, D. L. Handbook for identification of alkali-silica reactivity in airfield pavements. Washington, DC: Department of Transportation Federal Aviation Administration, 2004. 79 p.

CÁNOVAS, M. F. **Patologia e terapia do concreto armado.** São Paulo: Pini, 1988. 522 p.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO- CETESB. Ficha de informação de produtos químicos. Disponível em: <http://www.cetesb.sp.gov.br/Emergencia/produtos/ficha\_completa1.asp?consulta=A CETATO%20DE%20URANILA>. Acesso em: 22 jan. 2009.

COLLINS, C. et al. **Alkali-silica reaction the cancer of concrete**. Disponível em: <a href="http://www.ce.gatech.edu/~kkurtis/asr.ppt">http://www.ce.gatech.edu/~kkurtis/asr.ppt</a>>. Acesso em: 28 jul. 2007.

CARRILLO J. S.; PEREZ, L. R. Áridos reactivos. **Revista de Obras Publicas**, Madrid, v. 84, p 967–972, 1984.

CICINELLI, G. C. **Álcali agregado**: reação perigosa. Disponível em: <a href="http://www.revistatechne.com.br/engenharia-civil/125/artigo59011-5.asp">http://www.revistatechne.com.br/engenharia-civil/125/artigo59011-5.asp</a>. Acesso em: 28 dez. 2008.

COLEPARDI, M. A Holistic approach and new hipotesis: damage by delayed ettringite formation. **ACI's Concrete International,** january 1999. Disponível em: <a href="http://www.encosrl.it/enco%20srl%20ITA/servizi/pdf/cls/71.pdf">http://www.encosrl.it/enco%20srl%20ITA/servizi/pdf/cls/71.pdf</a>>. Acesso em: 27 jan 2009.

COUTINHO, J. S. Ataque por sulfatos. Disponível em: <a href="http://paginas.fe.up.pt/~jcouti/ATAKSulfato.pdf">http://paginas.fe.up.pt/~jcouti/ATAKSulfato.pdf</a>>. Acesso em: 12 nov. 2007.
DENT GLASSER, L. S.; KATAOKA, Y. N. The chemistry of alkali aggregate reaction. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v. 11, p. 1-9, 1981.

DIAMOND, S. ASR: Another look at mechanisms. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ALKALI-AGGREGATE REACTION (ICAAR), 8., 1989, Kyoto. *Proceedings...* Kyoto: Edited by K. Okada, S. Nishibayashi & M. Kawamura, 1989. p. 83-94.

DOLAR-MANTUANI, L. M. M. Undulatory extinction in quartz used for identifying alkali aggregate reactives rocks. In: OBERHOLSTER, R. E. (Ed.). **Proceedings of the 5. International Conference on Alkali Reaction in Concrete.** Cape Town: [s.n.], 1981. p. 252.

FUNDACENTRO. A sílica. Disponível em: <a href="http://www.zirtec.com.br/areia/silica.htm">http://www.zirtec.com.br/areia/silica.htm</a>. Acesso em: 12 set. 2007.

FERREIRA, R. M. **Avaliação de ensaios de durabilidade do betão.** 2000. 246 f. Dissertação (Mestrado) – Materiais e reabilitação da construção, Universidade do Minho Escola de Engenharia, Portugal, 2000.

FOLLIARD, K. J.; IDEKER, J.; THOMAS, M. D. A; FOURNIER, B. Assessing aggregate reactivity using the accelerated concrete prism test? In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECENT ADVANCES IN CONCRETE TECHNOLOGY, 7., 2004, Las Vegas. **Supplementary papers of the...** Las Vegas: ACI, 2004. p. 269-284.

GABRIEL, A.; COX, E. P. A staining method for quantitative determination of certain rock minerals. **American Mineralogist**, Washington, DC, v. 14, p. 290-292, 1929.

GOMES, N. A. Estruturas de concreto armado interrompidas em ambiente urbano: avaliação da carbonatação à luz das recomendações da NBR 6118:2003. 2006. 112 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós graduação em Construção Civil, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2006.

GUTHRIE, G. D.; CAREY, J. W. A geochemical method for the identification of **ASR gel.** [S.I.]: TRB, 1999. p. 7. 1 CD ROM.

GUTHRIE, G. D.; CAREY, J. W. A simple environmentally friendly and chemically specific method for the identification and evaluation of alkali-silica reaction. **Cement and Concrete Research**, v. 27, p. 1407-1417, 1997.

GUTHRIE, G. D.; CAREY, J. W. A **Geoscience approach to rock solid concrete:** report, earth and environmental sciences. Los Alamos: National Laboratory, 2000. p. 34-37.

GUTHRIE, G. D.; ATEKWANA, E.; CAREY, J. W. Microenviroments associated with alkali-silica reaction (ASR) in concrete. In: ANNUAL V. M. GOLDSHMIDT CONFERENCE, 11., 2001, Virginia. **Anais...** Virginia: Hot Springs, 2001. p. 3908.

HASPARYK, N. P. Investigação de concretos afetados pela reação álcaliagregado e caracterização avançada do gel exsudado. 2005. 326 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

HEHN, L. Avaliação da sorção, solubilidade e microdureza de resinas acrílicas após a desinfecção com ácido peracético. 2001. 103 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

HELENE, P. R. L. **Contribuição ao estudo da corrosão na armação de concreto armado.** São Paulo: USP/Escola Politécnica, 1993.

HELENE, P. R. L. Manual de reparo, proteção e reforço de estruturas de concreto red rehabilitar. São Paulo: Múltipla, 2003a. 718 p.

HELENE, P. R. L. Vida útil das estruturas de concreto. São Paulo: USP/Departamento de Engenharia Civil, 2003b. p. 4. Disponível em: <http://www.alconpat.org.uy/doc/biblio/helene.pdf>. Acesso em: 19 jan. 2009.

HELMUTH, R. **Alkali-silica reactivity:** an overview of research. Washington: Strategic Highway Research Program, 1993. p. 1-105.

KUPERMAN, S. C.; FERREIRA, W. V. F; FABBRO, J. C. D; NEGRINI, M. A; CIFÚ, S.; KAKO, H.; MARIANO, A.; TAVARES, F. Ocorrência de reação álcali-agregado em Tomada D'água. In: SIMPÓSIO SOBRE REATIVIDADE ALCALI-AGREGADO EM ESTRUTURAS DE CONCRETO, 1., 1997, Goiânia. **Anais...** Goiânia: Cartográfica, 1997. p. 213.

KUPERMAN, S. C.; SALLES, F. M.; PÍNFARI, J. C.; CARNEIRO, E. F. A CESP e a detecção da reação álcali-agregado. In: SEMINÁRIO NACIONAL DE GRANDES BARRAGENS, 26., 2005. **Anais...** Goiânia: CBDB, 2005. p. 7.

KIHARA, Y. **Reação álcali-agregado:** aspectos mineralógicos. In: SIMPÓSIO NACIONAL DE AGREGADOS, 1., 1986, São Paulo. **Anais...** São Paulo: USP/Escola Politécnica, 1986. p. 132.

KEITH, M. L. Selective staining to facilitate rosiwall analysis. **American Mineralogist**, Washington, DC, v. 24, n. 2, p. 561-565,1939.

LARRAÑAGA, M. E. **Experimental study in microstructure and structural behavior of recycled aggregate concrete.** 2004. 242 f. Thesis (Doctoral) - Escola Tècnica Superior d'Enginyers de Camins, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 2004.

MUNHOZ, F. A. C. Efeitos de adições ativas na mitigação das reações álcalisílica e álcali-silicato. 2007. 165 f. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

MCMONIGLE, M. D. Feldspar staining of the plutonic rocks of the salinian terrane. Marin County, 2008. Disponível em: <a href="http://www.marin.cc.ca.us/~jim/geolprojects">http://www.marin.cc.ca.us/~jim/geolprojects</a>>. Acesso em: 20 ago. 2007.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO P. J. M. **Concreto:** microestrutura, propriedades e materiais. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2008. 674 p.

NATESAIYER, K. C; HOVER, L. C. Insitu identification of ASR products in concrete. **Cement and Concrete Research**, Oxford, v. 18, n. 4, p. 455-463, 1988.

NATESAIYER, K. C; HOVER, L. C. Further study of an in-situ identification method for alkali-silica reaction products in concrete. **Cement and Concrete Research**, Oxford, v. 19, n. 4, p. 770-778, 1989.

OLIVEIRA, R. A. O Colapso do edifício areia branca e os novos conceitos de vistorias de edifícios. **Revista IBRACON**, São Paulo, v. 46, n. 2, p. 18-21, 2007.

PETERSON, M. G.; ULM, F. J. **Chemoplasticity of the alkali-silica reaction in concrete:** modeling of stress-induced anisotropy. Massachusetts: School of Engineering/Department of Civil & Environmental Engineering, 2000.

POOLE, A. B. Introduction to alkali aggregate reaction in concrete. In: SWAMY, R. N. (Ed.). **The alkali-silica reaction in concrete**. Glasgow: Blackie and Son, 1992. p. 1-29.

POOLE, A.B. Introduction to alkali-aggregate reaction in concrete. In: SWAMY, R. M. (Ed.). **The Alkali-aggregate reaction in concrete**. New York: Taylor & Francis E-library, 2003. p. 1-29.

PREZZI, M.; KURTIS, K. E.; MONTEIRO, P. J. M.; SANTOS, M. C.; ANDRADE, W. P. Importância da química de superfície na reação álcali-agregado. In: SIMPÓSIO SOBRE REATIVIDADE ÁLCALI-AGREGADO EM ESTRUTURAS DE CONCRETO, 1., 1997, Goiânia. **Anais...** Goiânia: CBGB/FURNAS, 1997. p. 173-196.

PORTELLA, K. F.; KORMANN, A. C. M.; NOGUEIRA, J. R. G.; BARON, O.; CANTÃO, M. P.; HENKE, S. L.; JOUKOSKI, A.; KENY, E. D.; SILVA, A. S.; CERON, C. Estudo de dosagem e desempenho de concreto para a construção de recifes artificiais marinhos: um ano de envelhecimento natural a 17 m de profundidade na Costa do Estado do Paraná. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 43., 2001, Foz do Iguaçu. **Anais ...** Foz do Iguaçu: Arte Interativa, p. 1-11, 2001.

POWERS, L. J. Developments in alkali-silica gel detection. **Concrete Technology Today Newsletter**, Illinois, v. 20, n. 1, p. 5-7, 1999.

RAMACHANDRAN, V. S.; PAROLI, R. M.; BEAUDOINJ, J.; DELGADO, A. A. **Handbook of thermal analysis of construction materials.** Norwich, N. Y.: Noyes Publications/William Andrew Pub., 2002. 691 p.

SANTOS, M. B. O panorama nacional sobre as reacções álcalis-sílica em betões. **Engenharia Civil UM**, Azurén, v. 32, p. 57-71, set. 2008.

SALLES, F. M.; SANTO, T. D. E; MARQUES, M. L A reação álcali-agregado em concreto: efeito, diagnóstico e prevenção. In: WORKSHOP CONCRETO: durabilidade, qualidade e novas tecnologias, 2., 2003, Ilha Solteira. **Anais...** Ilha Solteira: Sato, 2003. p. 1-12.

SALLES, F. M.; MIZUMOTO, C. M; MARQUES, M. L. V. **Avaliação do potencial** reativo de agregados com diferentes litologias pelos métodos acelerados. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 49., 2007. **Anais...** Bento Gonçalves: Arte Interativa, 2007, p. 1-11.

SILVA, V. M. **Ação da carbonatação em vigas de concreto em serviço, construídas em escala natural e reduzida.** 2007. 306 f. Dissertação (Mestrado) -Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

STANTON, T. E. Expansion of concrete though reaction between cement and aggregate. **American Society of Civil Engineer**, New York, v. 66, n. 10, p 1781-

1795, 1940.

TAYLOR, H. F. W. Cement chemistry. London: Academic Press, 1990. 491 p.

TIECHER, F. **Reação álcali-agregado:** avaliação de agregados do Sul do Brasil quando se altera o cimento utilizado. 2006. 182 f. Dissertação (Mestrado) -Faculdade de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

TIECHER, F.; GOMES, M. E. B.; DAL MOLIN, D. C. C.; HASPARYK, N. P.; MONTEIRO, J. M. Caracterização da sílica presente nos agregados com vistas ao entendimento da reação álcali-sílica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 50., 2008, Salvador. **Anais...** Salvador: Arte Interativa, 2008. p 1-16.

UNITED STATES PATENT. California. Guthrie e Carey. **Detection of concrete deterioration by staining.** Patent 5.955.372, 1999.

UNITED STATES PATENT. California. Guthrie e Carey. **Detection of alkali-silica swelling in concrete by staining.** Patent 5.739.035, 1998.

VOGEL, A. Química analítica qualitativa. 5. ed. São Paulo: Mestre Jou, 1981. 665 p.

WEST, G. **Alkali aggregate reaction in concrete roads and bridges**. London: Thomas Telford, 1996. 163 p.

# **ANEXO** A

### A.1 Ensaios de difração de raios X

Os ensaios de difração de raios-X foram realizados nos agregados submetidos aos ensaios de reatividade potencial, nos agregados extraídos dos testemunhos, nos xerogéis extraídos do interior dos testemunhos e na eflorescência formada no prisma de concreto S1.

Os agregados foram macerados em almofariz cerâmico, tomando-se o cuidado de realizar a limpeza do recipiente com ácido nítrico e clorídrico para evitar mistura de materiais remanescentes de cada série de moagem.

Em função da quantidade de material dos xerogéis e da eflorescência, realizou-se o preparo destas amostras no almofariz de ágata, sendo o material coletado e inserido num frasco e identificado.

Os porta-amostras utilizados foram escolhidos em função da quantidade de material para análise no equipamento de difração. É importante lembrar que como este ensaio é destrutivo, ou seja não compromete a composição da amostra, foi realizado o reaproveitamento do material para as análises químicas.

Nas Figuras A.1 a A.8 são apresentados os difratogramas das análises realizadas no LFQ da UNESP:



Figura A.1: Análise mineralógica por DRX dos agregados do testemunho T1.2



Figura A.3: Análise mineralógica por DRX do agregado do testemunho T3



Figura A.4: Análise mineralógica por DRX do agregado G2 para compósitos de argamassa e concreto



Figura A.5: Análise mineralógica por DRX do agregado G3 para compósitos de argamassa e concreto



Figura A.6: Análise mineralógica por DRX do agregado B1 para compósitos de argamassa e concreto



Figura A.7: Análise mineralógica por DRX do agregado B2 para compósitos de argamassa e concreto



Figura A.8: Análise mineralógica por DRX do agregado S1 para compósitos de argamassa e concreto



Figura A.9: Difratograma do material lixiviado do prisma de concreto S1

## **ANEXO B**

### **B.1** Ensaios de reatividade potencial

Neste item segue apresentado as planilhas de acompanhamento dos ensaios de reatividade potencial em barras de argamassa e prismas de concreto (T= $38^{\circ}$ C e  $60^{\circ}$ C):

Tabela B.1: Expansões em barras de argamassa – amostras B1 e B2

CES	Pde	no.
vaboratório		enharia Civij
labor	LCEC 0 900	a Civij



Laboratório CESP de Engenharia Civil

Simle	DIAS	Leituras	s entre pine	os (mm)	Expansão dos moldes (%)					
Sigia		Bar.1	Bar.2	Bar.3	Bar.1	Bar.2	Bar.3	MÉDIA		
	0	-0,315	-0,427	0,163	0,000	0,000	0,000	0,000		
	1	-0,293	-0,404	0,186	0,007	0,008	0,008	0,008		
	5	0,105	-0,032	0,538	0,143	0,134	0,127	0,135		
	7	0,505	0,366	0,919	0,278	0,269	0,256	0,268		
	14	1,283	1,109	1,678	0,542	0,521	0,513	0,526		
	16	1,379	1,198	1,778	0,575	0,552	0,547	0,558		
B1	21	1,496	1,314	1,913	0,615	0,591	0,593	0,599		
	28	1,601	1,418	2,022	0,650	0,626	0,630	0,635		
	30	1,616	1,427	2,033	0,655	0,629	0,634	0,639		
	37	1,672	1,484	2,086	0,674	0,649	0,652	0,658		
	44	1,716	1,524	2,130	0,689	0,662	0,666	0,673		
	51	1,747	1,558	2,170	0,700	0,674	0,680	0,685		
	58	1,760	1,570	2,182	0,704	0,678	0,684	0,689		
	0	0,148	-0,571	0,449	0,000	0,000	0,000	0,000		
	1	0,166	-0,553	0,463	0,006	0,006	0,005	0,006		
	5	0,186	-0,528	0,494	0,013	0,015	0,015	0,014		
	7	0,190	-0,525	0,498	0,014	0,016	0,017	0,015		
	14	0,580	-0,158	1,037	0,146	0,140	0,199	0,162		
	16	0,870	0,138	1,360	0,245	0,241	0,308	0,265		
B2	21	1,523	0,795	2,027	0,466	0,464	0,534	0,488		
	28	2,161	1,442	2,660	0,682	0,684	0,748	0,705		
	30	2,280	1,562	2,781	0,722	0,724	0,789	0,745		
	37	2,625	1,930	3,130	0,839	0,849	0,907	0,865		
	44	2,875	2,185	3,379	0,924	0,936	0,992	0,951		
	51	3,072	2,384	3,559	0,991	1,004	1,053	1,016		
	58	3,202	2,515	3,694	1,035	1,048	1,098	1,060		

Núcleo de Tecnologia do Concreto

Laboratório C Engenharia C	ESP de ivil		ogen	LCEC		C	SP	Companhia Energética de São Paulo		
Sigla		Leituras	s entre pin	os (mm)	Expansão dos moldes (%)					
Sigia	DIAS	Bar.1 Bar.2		Bar.3	Bar.1	Bar.2	Bar.3	MÉDIA		
	0	-0,400	0,386	0,043	0,000	0,000	0,000	0,000		
	1	-0,391	0,398	0,057	0,003	0,004	0,005	0,004		
	5	-0,369	0,420	0,082	0,011	0,012	0,013	0,012		
	7	-0,369	0,421	0,079	0,011	0,012	0,012	0,012		
	14	-0,326	0,468	0,122	0,025	0,028	0,027	0,027		
	16	-0,299	0,492	0,147	0,034	0,036	0,035	0,035		
G2	21	-0,254	0,536	0,189	0,050	0,051	0,049	0,050		
	28	-0,208	0,571	0,237	0,065	0,063	0,066	0,065		
	30	-0,199	0,599	0,250	0,068	0,072	0,070	0,070		
	37	-0,150	0,640	0,295	0,085	0,086	0,085	0,085		
	44	-0,096	0,702	0,357	0,103	0,107	0,106	0,106		
	51	-0,020	0,768	0,427	0,129	0,129	0,130	0,129		
	58	0,031	0,818	0,483	0,146	0,146	0,149	0,147		
	0	0,259	0,310	-0,129	0,000	0,000	0,000	0,000		
	1	0,280	0,330	-0,101	-0,101 0,007		0,009	0,008		
	5	0,319	,319 0,368 ·		0,020	0,020 0,020		0,020		
	7	0,337	0,388	-0,044	0,026	0,026	0,029	0,027		
	14	0,470	0,511	0,075	0,071	0,068	0,069	0,070		
	16	0,533	0,569	0,138	0,093	0,088	0,091	0,090		
G3	21	0,680	0,711	0,280	0,143	0,136	0,139	0,139		
	28	0,913	0,932	0,511	0,222	0,211	0,217	0,216		
	30	0,979	0,999	0,576	0,244	0,233	0,239	0,239		
	37	1,204	1,215	0,813	0,320	0,306	0,319	0,315		
	44	1,429	1,437	1,047	0,396	0,382	0,399	0,392		
	51	1,657	1,661	1,298	0,473	0,457	0,484	0,472		
	58	1,844	1,847	1,490	0,537	0,520	0,549	0,535		

#### Tabela B.2: Expansões em barras de argamassa – amostras G2 e G3



Núcleo de Tecnologia do Concreto

Laboratório ( Engenharia (	CESP de Civil		Labora	a Civii SO 9001		C	SP.	Companhia Energética de São Paulo		
Sigla		Leituras	entre pin	os (mm)	Expansão dos moldes (%)					
Olgia	DIAG	Bar.1	Bar.2	Bar.3	Bar.1	Bar.2	Bar.3	MÉDIA		
	0	0,861	-1,425	1,023	0,000	0,000	0,000	0,000		
	1	0,888	-1,399	1,055	0,009	0,009	0,011	0,010		
	5	0,954	-1,336	1,114	0,031	0,030	0,031	0,031		
	7	1,010	-1,282	1,168	0,050	0,049	0,049	0,049		
	14	1,274	-1,012	1,458	0,140	0,141	0,147	0,142		
	16	1,358	-0,928	1,546	0,168	0,169	0,177	0,171		
S1	21	1,525	-0,763	1,724	0,224	0,225	0,237	0,229		
	28	1,727	-0,558	1,930	0,293	0,295	0,306	0,298		
	30	1,791	-0,506	1,993	0,314	0,313	0,328	0,318		
	37	1,960	-0,338	2,176	0,371	0,370	0,389	0,377		
	44	2,125	-0,173	2,356	0,427	0,426	0,450	0,435		
	51	2,300	-0,009	2,542	0,486	0,482	0,513	0,494		
	58	2,439	0,154	2,692	0,533	0,538	0,564	0,545		
	0	0,121	-0,786	0,378	0,000	0,000	0,000	0,000		
	1	0,141	-0,769	0,400	0,007	0,006	0,007	0,007		
	5	0,145	-0,759	0,406	0,008	0,009	0,009	0,009		
	7	0,148	-0,759	0,407	0,009	0,009	0,010	0,009		
	14	0,156	-0,746	0,421	0,012	0,014	0,015	0,013		
	16	0,169	-0,732	0,436	0,016	0,018	0,020	0,018		
M2	21	0,204	-0,696	0,479	0,028	0,031	0,034	0,031		
	28	0,261	-0,642	0,541	0,047	0,049	0,055	0,051		
	30	0,291	-0,609	0,578	0,058	0,060	0,068	0,062		
	37	0,360	-0,538	0,664	0,081 0,084		0,097	0,087		
	44	0,462	0,462 -0,431		0,116	0,121	0,136	0,124		
	51	0,592	-0,301	0,915	0,160	0,165	0,182	0,169		
	58	0,693	-0,199	1,024	0,194	0,200	0,219	0,204		

## Tabela B.3: Expansões em barras de argamassa – amostras S1 e M2



Núcleo de Tecnologia do Concreto

 Tabela B.4: Análise das expansões em prismas de concreto ensaiados em duas temperaturas



#### Laboratório CESP de Engenharia Civil

	Expansão - 38 <sup>0</sup> C							Expansão - 60 ⁰C					% expansão do ensaio modificado/normalizado		
Agregado	1 mês	2 meses	3 meses	6 meses	9 meses	12 meses	1 mês	2 meses	3 meses	4 meses	6 meses	12 meses	3 meses	4 meses	6 meses
B1	0,05	0,009	0,011	0,013	0,040	0,065	-0,008	-0,003	0,000	-0,005	-0,012	-	-	-	-
B2	0,06	0,008	0,008	0,006	0,005	0,013	0,001	0,001	0,001	-0,003	-0,004	-	-	-	-
G2	0,011	0,015	0,018	0,017	0,018	0,021	0,007	0,013	0,026	0,040	0,062	-	18,7	47,5	65,9
G3	0,006	0,009	0,011	0,013	0,022	0,028	0,004	0,020	0,046	0,072	0,075	-	38,5	61,0	62,6
S1	0,003	0,007	0,010	0,024	0,062	0,077	0,005	0,033	0,053	0,062	0,060	-	31,7	19,8	21,8
M2*	-0,002	0,009	0,010	0,011	-0,001	-0,002	0,002	0,003	0,001	0,001	-0,001	-	-	-	-

Núcleo de Tecnologia do Concreto

\* Moldado com agregado inócuo.

*Companhia Energética de São Paulo*