# FACULDADE IMED ESCOLA POLITÉCNICA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU EM ENGENHARIA CIVIL

**RODRIGO HENRYQUE REGINATO QUEVEDO MELO** 

# AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO DA ETRINGITA TARDIA (DEF) EM LABORATÓRIO E MONITORAMENTO DE CONCRETOS NO TEMPO

Passo Fundo 2021

# AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO DA ETRINGITA TARDIA (DEF) EM LABORATÓRIO E MONITORAMENTO DE CONCRETOS NO TEMPO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia Civil, em sua área de concentração em Ambiente Construído, Linha de Pesquisa em Desenvolvimento de Produtos e Tecnologia de Processos para Construção, como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Civil, pela Faculdade IMED.

Orientadoras:

- Prof.<sup>a</sup> Dra. Francieli Tiecher
- Prof.<sup>a</sup> Dra. Nicole Pagan Hasparyk

Passo Fundo 2021 CIP – Catalogação na Publicação

### M528a MELO, Rodrigo Henryque Reginato Quevedo Avaliação da formação da etringita tardia (DEF) em laboratório e monitoramento de concretos no tempo / Rodrigo Henryque Reginato Quevedo Melo. – 2021. 128 f., il.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade IMED, Passo Fundo, 2021.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Francieli Tiecher.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Nicole Pagan Hasparyk.

1. Engenharia civil. 2. Concreto – Durabilidade. 3. Etringita tardia. I., TIECHER, Francieli, orientadora. II. HASPARYK, Nicole Pagan, orientadora. III. Título.

### CDU: 628.4

Catalogação: Bibliotecária Angela Saadi Machado - CRB 10/1857

### RODRIGO HENRYQUE REGINATO QUEVEDO MELO

# AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO DA ETRINGITA TARDIA (DEF) EM LABORATÓRIO E MONITORAMENTO DE CONCRETOS NO TEMPO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia Civil, em sua área de concentração em Ambiente Construído, Linha de Pesquisa em Desenvolvimento de Produtos e Tecnologia de Processos para Construção, como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Civil, pela Faculdade IMED.

Passo Fundo, 03 de dezembro de 2021.

### **BANCA EXAMINADORA**

Prof.<sup>a</sup> Francieli Tiecher – Doutora – IMED - Orientadora

Nicole Pagan Hasparyk – Doutora – Furnas Centrais Elétricas S.A. – Orientadora

Prof. Richard Thomas Lermen – Doutor – IMED – Avaliador Interno

Selmo Chapira Kuperman – Doutor – DESEK LTDA – Avaliador Externo

Denise Carpena Coitinho Dal Molin – Doutora – UFRGS – Avaliador Externo

Aos meus pais, José Humberto Quevedo Melo e Evanisa Fátima Reginato Quevedo Melo

### AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço à Deus por me proporcionar saúde, condições e oportunidades para alcançar meus objetivos.

Agradeço a minha família, meu pai, José Humberto Quevedo Melo, minha mãe, Evanisa Fátima Reginato Quevedo Melo e meu irmão Ricardo Henryque Reginato Quevedo Melo, por serem minha base, fonte de amor incondicional, onde sempre tive todo o apoio e auxílio necessário na realização de meus sonhos, por estarem comigo e me incentivarem durante toda a minha vida, em especial durante este período.

As minhas orientadoras Dra. Francieli Tiecher e Dra. Nicole Pagan Hasparyk, pela amizade, apoio e incentivo, assim como pelo imenso conhecimento compartilhado, correções e contribuições, suas orientações foram verdadeiras aulas, além de todo o auxílio, empenho, comprometimento e confiança no decorrer deste período, que ajudaram a tornar possível a realização deste trabalho.

Aos amigos Crístofer e Mozara pelo apoio e auxílio nas mais diversas necessidades que surgiram no decorrer desta pesquisa, estando sempre prontos e disponíveis para ajudar.

Aos colegas e amigos do mestrado pela amizade e companheirismo que tornaram a esta trajetória mais leve e divertida.

A IMED, pela oportunidade de desenvolver está pesquisa. Em especial aos colaboradores do Laboratório de Engenharia e Arquitetura, pelo auxílio prestado no desenvolvimento das atividades.

Furnas Centrais Elétricas S.A, pela oportunidade de ter feito parte do Projeto de P&D FURNAS/ANEEL, intitulado "Metodologias e infraestrutura tecnológica para aperfeiçoamento das avaliações de confiabilidade e otimização de empreendimentos de energia", tornando possível a realização de todos os ensaios demandados para esta pesquisa.

Aos colaboradores do laboratório de FURNAS, em especial à Solanda e Vander, por todo o auxílio prestado no desenvolvimento desta pesquisa.

A todos que direta ou indiretamente fizeram parte desta conquista.

"A tarefa não é ver o que nunca foi visto antes, mas pensar o que nunca foi pensado antes sobre o que você vê todos os dias." Erwin Schrödinger

#### RESUMO

A formação da etringita tardia (DEF) é um tipo de ataque por sulfato, de origem interna, que ocorre após altas temperaturas de cura do concreto, na presença de umidade. Este fenômeno gera expansões, alterações mecânicas e microestruturais, resultando em danos consideráveis às estruturas. Este trabalho apresenta a avaliação da formação de etringita tardia em laboratório e o monitoramento de concretos produzidos com cimento Portland de alta resistência inicial (CP V-ARI) e cimento Portland pozolânico (CP IV-32 RS) ao longo de 12 meses. O protocolo de avaliação da DEF seguiu o método francês (LCPC n° 66), sendo adotado previamente um procedimento brasileiro de cura térmica nos concretos, com temperatura máxima de 85°C. Para avaliar a influência da DEF, foram realizados ensaios físicos e mecânicos além de análises microestruturais. Por meio de análises microestruturais por MEV/EDS e TG/DTG a DEF foi comprovada, tendo sido verificada a intensificação das neoformações durante o estudo, com elevadas expansões, e acima do limite de 0,04%, além da redução das propriedades mecânicas e progresso dos danos aos concretos no tempo. Apesar de ambas as misturas estarem acometidas pela DEF, os danos aos concretos com o CP V-ARI foram maiores e ocorreram de forma precoce, com expansões da ordem de 0,09% e redução de 21% da resistência à tração. A resistência à compressão e o módulo de elasticidade também sofreram quedas, porém com taxas inferiores a 10%. No caso dos concretos confeccionados com o cimento pozolânico, CP IV-32 RS, as expansões chegaram a 0,06%, com reduções das propriedades mecânicas abaixo de 5% apenas para a resistência à compressão e o módulo de elasticidade. Apesar da maior intensidade da DEF nos concretos contendo o CP V-ARI, foi confirmado por meio dos parâmetros de índice de dano de rigidez e índice de deformação plástica os seus efeitos deletérios também aos concretos contendo o cimento pozolânico, sendo corroborado pelo DRI e análises microestruturais. Ou seja, independentemente do cimento utilizado, houve deterioração dos concretos pela DEF.

Palavras-Chave: Concreto. Durabilidade. Formação de etringita tardia. Expansão.

### ABSTRACT

Delayed ettringite formation (DEF) is an internal sulfate attack, which occurs after high concrete curing temperatures, in the presence of moisture. This phenomenon generates expansions, mechanical and microstructural changes, resulting in considerable damage to the structures. This work presents the evaluation of delayed ettringite formation in the laboratory and the monitoring of concretes produced with of high initial strength Portland cement (CP V-ARI) and a pozzolanic one (CP IV-32 RS) over 12 months. The DEF evaluation protocol followed the French method (LCPC n° 66), previously adopting a Brazilian procedure of thermal curing in concrete, with a maximum temperature of 85°C. To assess the influence of DEF, physical and mechanical tests were carried out in addition to microstructural analyses. Through microstructural analysis by SEM/EDS and TG/DTG, DEF was confirmed, the intensification of neoformations was verified during the study, leading to high expansions, above the limit of 0.04%, and consequently to a reduction in mechanical properties and damage progress to concrete over time. Although both mixtures were affected by DEF, the damage to concrete with CP V-ARI was more expressively and occurred early, with expansions of 0.09% and a 21% reduction in tensile strength. The compressive strength and modulus of elasticity also dropped, but at rates below 10%. On the other hand, concretes cast with pozzolanic cement, CP IV-32 RS, expansions reached 0.06% with reductions in mechanical properties below 5%, and only for compressive strength and modulus of elasticity. Despite the higher intensity of DEF in the concretes with CP V-ARI, its deleterious effects to concretes containing pozzolanic cement were also confirmed by means of the of stiffness damage index and plastic deformation index, being corroborated by the DRI and microstructural analyses. That is, regardless of the type of cement used, the concretes were deteriorated by DEF. Keywords: Concrete. Durability. Delayed ettringite formation. Expansion.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: a) Dormentes fissurados por DEF; b) Concentração de etringita maciça
(DEF) bordeando o agregado graúdo20
Figura 2: Detalhe das acículas de etringita primária24
Figura 3: Taxa de hidratação de alita26
Figura 4: Esquema global do mecanismo de degradação por DEF29
Figura 5: Blocos de coroamento fissurados por DEF na superfície horizontal e lateral.
Figura 6: Dormente fissurado em ferrovia na Suécia
Figura 7: Dormentes fissurados devido à DEF36
Figura 8: Deterioração dos pilares após 15 anos
Figura 9: Micrografia do concreto indicando zona de transição e fissura preenchidas
por etringita
Figura 10: a) Ponte Bourgogne; b) Ponte Bellevue
Figura 11: Fissuração presente no bloco de concreto de fundação: a; b) Fotos durante
a inspeção; c) Micrografia indicando a etringita tardia na zona de transição; d)
Produtos da RAS observados por MEV
Figura 12: Fissuras; a) vertedouros e muros de contenção; b) paredes dos diques.40
Figura 13: Ciclo térmico utilizado no método de Duggan41
Figura 14: Regimes de cura adotados por Odler e Chen (1995)42
Figura 15: Tratamento térmico utilizado por Martin et al. (2017)44
Figura 16: Tratamento térmico proposto para o método brasileiro
Figura 17: Fluxograma do programa experimental49
Figura 18: Etapas do programa experimental baseado no método de ensaio nº 66 do
LCPC
Figura 19: Etapas do tratamento térmico55
Figura 20: Ciclos de secagem e umidificação
Figura 21: Determinação do Índice de Dano de Rigidez (SDI) e Índice de Deformação
Plástica (PDI) com base na saída do Teste de Dano de Rigidez (SDT)59
Figura 22: Ilustração dos fragmentos extraídos para análises por MEV/EDS60
Figura 23: Corpo de prova com malha quadriculada para ensaio de DRI62
Figura 24: Expansão dos prismas de concreto ao longo do tempo64

Figura 25: Variação de massa dos prismas de concreto ao longo do tempo66
Figura 26: Resistência à compressão axial ao longo do tempo
Figura 27: Resistência à tração por compressão diametral ao longo do tempo 70
Figura 28: Relação entre a resistência à tração e a resistência à compressão71
Figura 29: Módulo de elasticidade estático73
Figura 30: Correlações entre os módulos de elasticidade estático e resistência à
compressão74
Figura 31: Módulo de elasticidade estático75
Figura 32: Resultados dos ensaios de SDT realizados nos concretos com o CP V-
ARI76
Figura 33: Resultados dos ensaios de SDT realizados nos concretos com CP IV-32
RS77
Figura 34: a) Índice de dano de rigidez (SDI); b) Índice de deformação plástica (PDI).
Figura 35: Nível de pH da água de imersão dos corpos de prova ao longo do tempo.
Figura 36: Inspeção visual dos prismas de concreto82
Figura 37: Inspeção visual do interior dos CPs83
Figura 38: Poro das amostras com algumas formações de etringita
Figura 39: Formações de fases sulfatadas (E) na zona de transição
Figura 40: Matriz cimentícia indicando formações de etringita (E) nos poros e
partículas de cinza volante (cv)85
Figura 41: Micrografias indicando diferentes estágios da DEF (setas cinzas) e a
fragilização na pasta, com microfissuração (setas amarelas)
Figura 42: Vista menos ampliada dos concretos com intensa fissuração e
neoformações
Figura 43: Detalhe de poros das amostras contendo a etringita tardia
Figura 44: Detalhe da pasta e formações da DEF
Figura 45: DEF na zona de transição (ZT)
Figura 46: Aspecto dos concretos totalmente fragilizados pela DEF
Figura 47: Espectro da etringita indicada na Figura 39 - CP IV (6 meses)
Figura 48: Espectro do produto indicado no poro maior da Figura 40 - CP V (6 meses).
Figura 49: Espectro da etringita (E) da Figura 42 - CP V (12 meses)

Figura 50: Espectro da fase sulfatada indicada na Figura 44 - CP IV (12 meses) 89
Figura 51: Curvas TGA/DTG91
Figura 52: Variação da perda de massa dos produtos C-S-H, AFt e AFm ao longo do
tempo93
Figura 53: Resultados do ensaio TGA/DTG dos concretos CP IV e CP V94
Figura 54: Resultados do DRI95
Figura 55: Características de dano nos concretos96
Figura 56: Expansão e variação de massa dos prismas de concreto ao longo do
tempo
Figura 57: Propriedades mecânicas ao longo do tempo
Figura 58: Comportamento das propriedades mecânicas100
Figura 59: Parâmetros DRI, SDI e PDI para os concretos aos 365 dias

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Especificações internacionais de cura acelerada de concreto	20
Tabela 2: Principais compostos químicos do cimento	25
Tabela 3: Características químicas dos cimentos.	50
Tabela 4: Características físicas e mecânicas dos cimentos	51
Tabela 5: Propriedades físicas dos agregados.	51
Tabela 6: Propriedades físicas do aditivo	52
Tabela 7: Características de danos e respectivos fatores de ponderação	62
Tabela 8: Análise de variância das expansões.	64
Tabela 9: Análise de variância para variação de massa	67
Tabela 10: Análise de variância da resistência à compressão	68
Tabela 11: Análise de variância da resistência à tração.	71
Tabela 12: Análise de variância do módulo de elasticidade estático	73
Tabela 13: Valores de SDI e PDI encontrados na literatura	80
Tabela 14: Perdas de massa dos produtos presentes nas argamassas extraída	as dos
concretos investigados ao longo do tempo	92
Tabela 15: Características dos concretos ao longo do tempo	97
Tabela 16: Expansão e variação de massa ao longo do tempo	98
Tabela 17: Diferença dos parâmetros DRI, SDI e PDI entre os cimentos	101

# LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Material
CPs	Corpos de prova
DEF	Delayed Ettringite Formation – Formação de etringita tardia
DRI	Deterioration Rating Index – Índice de classificação de dano ou índice de dano
EDS	Espectroscopia de Raios X
EE	Módulo de elasticidade estático
ESA	External sulfate attack
EXP	Expansão dos prismas de concreto
IFSTTAR	Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de L'aménagement et des Réseaux
ISA	Internal sulfate attack
LCPC	Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
NBR	Norma Técnica Brasileira
PDI	Plastic Deformation Index
RAA	Reação álcali-agregado
RAS	Reação álcali-sílica
RC	Resistência à compressão
RS	Resistente a sulfatos
RT	Resistência à tração
SDI	Stiffness Damage Index
SDT	Stiffness Damage Test
VM	Variação de massa

# LISTA DE SÍMBOLOS E FÓRMULAS

- C-S-H Silicato de cálcio hidratado
- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Óxido de alumínio
- CaO Óxido de cálcio
- C<sub>2</sub>S Silicato dicálcico
- C<sub>3</sub>A Aluminato tricálcico
- C<sub>3</sub>S Silicato tricálcico
- C<sub>4</sub>AF Ferroaluminato tetracálcico
- C<sub>2</sub>AF Ferroaluminato dicálcico
- CaSO<sub>4</sub> Sulfato de cálcio anidro
- Fe<sub>2</sub>O Óxido de ferro
- K<sub>2</sub>O Óxido de potássio
- MgO Óxido de magnésio
- Na<sub>2</sub>O Óxido de sódio
- SO<sub>3</sub> Óxido de enxofre, sulfato
- SiO<sub>2</sub> Dióxido de silício

# SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	17
1.1.	Contexto e justificativa	19
1.2.	Objetivo geral	22
1.3.	Objetivos específicos	23
2.	REVISÃO DA LITERATURA	24
2.1.	Definições de etringita	24
2.2.	Aspectos químicos e mecanismos de formação da etringita	25
2.3.	Fatores intervenientes na DEF	29
2.4.	Diagnósticos e casos da DEF	34
2.5.	Métodos para avaliar o potencial para a DEF	
2.5.1.	Método francês (LCPC)	45
2.5.2.	Método brasileiro (FURNAS)	
3.	PROGRAMA EXPERIMENTAL	
3.1.	Materiais	50
3.1.1.	Aglomerantes	50
3.1.2.	Agregados	51
3.1.3.	Aditivo	52
3.1.4.	Água	52
3.2.	Métodos	53
3.2.1.	Produção dos concretos	54
3.2.2.	Tratamento térmico	54
3.2.3.	Ciclos de secagem e umidificação	55
3.2.4.	Imersão das amostras	56
3.3.	Ensaios e investigações	56
3.3.1.	Expansibilidade e variação de massa	56
332	Determinação da resistência à compressão	

3.3.3.	Resistência à tração	.57
3.3.4.	Módulo de elasticidade estático	.58
3.3.5.	Teste de dano de rigidez (Stiffness Damage Test – SDT)	. 58
3.3.6.	Inspeções visuais	.59
3.3.7.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raio X (EDS)	.59
3.3.8.	Análises termogravimétricas - TGA e DTG	.60
3.3.9.	DRI (Damage Rating Index)	.61
3.4.	Análise estatística dos resultados	.62
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	.63
4.1.	Expansão dos prismas de concreto	.63
4.2.	Variação de massa	.66
4.3.	Resistência à compressão	.67
4.4.	Resistência à tração	.70
4.5.	Módulo de elasticidade	.72
4.6.	Teste de dano de rigidez – SDT (Stiffness Damage Test)	.76
4.7.	Potencial de hidrogênio (pH) da água de imersão dos corpos de prova	. 80
4.8.	Inspeção visual	.81
4.9.	Análise microestrutural (MEV)	.84
4.10.	Análises termogravimétricas (TGA/DTG)	.91
4.11.	Índice de dano – DRI ( <i>Damage Rate Index</i> )	.94
4.12.	Análise global dos dados	.97
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	102
5.1.	Conclusões	103
5.2.	Sugestões para futuras pesquisas	104
Referên	cias	106

### 1. INTRODUÇÃO

As constantes pesquisas visando o aumento da durabilidade das estruturas de concreto e as melhorias nos materiais e processos construtivos buscam evitar fenômenos patológicos que podem ser originados por fontes externas e/ou internas.

Quando a fonte é externa, por meio de fenômenos físicos ou, simplesmente, pela exposição das estruturas a ambientes agressivos, ocorre o ingresso de substâncias ao concreto, na forma de gases, ou líquidos. Tais substancias provocam reações quimicas internas que podem levar o concreto à deterioração, podendo haver a formação de produtos expansivos, como é o caso do ataque por sulfatos externo.

Os fenômenos patológicos originados por fontes internas são desencadeados a partir dos materiais constituintes do concreto; como exemplos encontram-se as reações químicas entre agregados reativos e cimento, o aquecimento excessivo da matriz cimentícia durante e após o fim de pega em decorrência da hidratação do cimento, problemas relacionados à cura inapropriada do concreto, entre outros (THOMAZ, 1989; MELO, 2010). Boa parte dos fenômenos patológicos de fontes internas são responsáveis por reações expansivas, como o ataques por sulfatos, a exemplo a formação de etringita tardia, a RAA (reação álcali-agregado), além de ataques combinados (HASPARYK; KUPERMAN, 2021).

As reações quimicas de hidratação do cimento, mais especificamente dos aluminatos, resultam na formação do composto denominado etringita "primária", que assume forma de agulhas que se cristalizam minutos após o início da hidratação, sendo responsáveis pelo fenômeno da pega (NEVILLE, 2016). Porém, se alguns fatores intervenientes estiverem presentes durante a hidratação, como elevada temperatura de cura, superior a 60°C, a etringita pode se formar quando o material cimentício já se encontrar no estado endurecido, dando origem ao fenômeno conhecido como formação de etringita tardia, que acarreta consequencias negativas para durabilidade do concreto (DIAMOND, 1996; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A formação da etringita tardia, vem da expressão em inglês *Delayed Ettringite Formation*, sendo conhecida na literatura pela sua abreviatura DEF, e se desenvolve quando a fonte de íons sulfato é interna. Este fenômeno gera expansões no concreto e como consequência fissuração mapeada ou direcionada na superfície do material, afetando o desempenho do concreto ao longo de sua vida útil (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O fenômeno da DEF envolve a formação da etringita tardia em elementos de concreto, sem sulfatos provenientes de meios externos. Segundo Mehta e Monteiro (2014), a formação da etringita tardia pode ocorrer quando a fonte de íons sulfato interna está atrelada à utilização de agregados contaminados com gipsita ou de cimentos contendo elevado teor de sulfato. Porém, para efeito deste trabalho o ataque por sulfatos em decorrência do cimento como fonte de sulfatos, por elevadas temperaturas, é o que está relacionado ao termo DEF.

A ocorrência da DEF se deve ao aquecimento excessivo do concreto nas idades iniciais, quando a temperatura do material supera 60°C, fenômeno esse que ocorre durante a hidratação, e especialmente em grandes volumes de concreto atribuídos ao "concreto massa1", e também devido à cura térmica. A etringita primária, decorrente da hidratação inicial do cimento não é estável acima destas temperaturas, decompondo-se para formar monossulfato hidratado, o qual é adsorvido pelo C-S-H, sendo posteriormente, os íons sulfatos dissolvidos na solução dos poros do concreto e reagindo com a pasta de cimento para originar a etringita denominada tardia (DEF), expansiva e deletéria. Esse processo leva os elementos à deterioração prematura devido à característica expansiva da etringita, que formada tardiamente por toda a pasta da matriz cimentícia já rígida, acarretando fissuração das argamassas ou concretos e perda de suas propriedades (MELO, 2010; SILVA *et al.*, 2018; GAMBALE *et al.*, 2021; SCHOVANZ *et al.*, 2021; ZHANG *et al.*, 2021).

Os mecanismos de formação da DEF são complexos quando comparados a outras manifestações patológicas do concreto, sendo necessária a presença de água ou umidade, além de serem influenciados por diversos fatores intervenientes, como: finura do cimento, tipo de cimento utilizado, quantidade de álcalis presente, elevados teores de SO<sub>3</sub>, teor de C<sub>3</sub>A, condições de cura das peças de concreto, aquecimento inicial por calor de hidratação, ambiente de exposição, entre vários outros. Segundo Diamond (1996), o fenômeno da DEF ocorre apenas quando três condições básicas estão presentes conjuntamente: presença em excesso de sulfato no cimento, alta temperatura de cura e suplementação de água.

A DEF pode então ser definida como a formação de etringita no concreto, após o seu endurecimento, em função da elevação excessiva da temperatura durante a

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Elemento cuja menor dimensão da seção transversal é maior ou igual a 1 m. (ABNT NBR 15577-1, 2018)

hidratação, e sem qualquer fornecimento externo de sulfato, mas sempre na presença de umidade.

Ainda não há normatização e guias nacionais de prevenção relacionados à DEF, assim como não há uma medida corretiva eficiente após o seu desencadeamento; dessa forma torna-se essencial a prevenção e o controle dos fatores que a provocam (SILVA *et al.*, 2018; SCHOVANZ, 2019; ZHANG *et al.*, 2021).

### 1.1. Contexto e justificativa

A formação da DEF é um fenômeno bastante complexo, originando diversos estudos e diversas metodologias laboratoriais que busquem o seu entendimento e prevenção, tendo em vista as graves consequências que esta pode acarretar na durabilidade das estruturas de concreto. A descoberta da DEF data aproximadamente de 1987 em peças pré-moldadas de concreto, sendo a principal causa a temperatura na qual o concreto é submetido durante o processo inicial de hidratação. Um dos estudos pioneiros foi o de Ludwig *et al.*, em 1989, que atribuíram a deterioração do concreto especificamente à DEF (SILVA *et al.*, 2018; SCHOVANZ, 2019; HASPARYK; KUPERMAN, 2019).

Os principais casos registrados estão relacionados a elementos de concreto pré-moldados expostos à cura térmica e elementos com grande volume de concreto, como blocos de fundação, pontes, barragens, entre outros, que assumem elevada temperatura interna devido ao calor de hidratação do cimento, desse modo excedendo temperaturas de 60°C a 70°C, consideradas limite por diversos autores (ODLER; CHEN, 1995; DIAMOND 1996; KELHAM, 1996; MELO, 2000; ZHANG *et al.*, 2002; BAUER *et al.*, 2006; MEHTA; MONTEIRO, 2014; GRAEFF, 2017). Segundo Bauer *et al.* (2006) várias agências internacionais, limitaram a temperatura máxima no concreto ou argamassa durante a cura acelerada buscando a prevenção da DEF, conforme ilustra a Tabela 1.

País	Agência	Temperatura máxima
Canadá	CSA/A23.4-94	70°C
Dinamarca	DS482 (projetos a partir de jan. 1999)	70°C
Inglaterra	Manual de documentos de contrato para trabalhos em rodovias	70°C
Alemanha	Comitê de concreto armado	60°C
África do Sul	SABS/0100-2:1992	60°C
Espanha	UNE/83-30-91	70°C
Fonto: Adoptado do PALIER et el (2006)		

Tabela 1: Especificações internacionais de cura acelerada de concreto.

Fonte: Adaptado de BAUER et al. (2006).

Diversos são os casos de estruturas acometidas pela DEF, conforme diagnósticos feitos por meio de inspeções visuais e ensaios laboratoriais, a partir da extração de corpos de prova. A ocorrência da DEF em elementos pré-moldados de concreto é apresentada por Sahu e Thaulow (2004); Silva *et al.* (2008) e; Hasparyk e Kuperman (2019) (Figura 1), no entanto, os fatos mais conhecidos ocorreram devido ao elevado calor durante a hidratação do cimento em barragens, pilares de pontes, blocos de fundação e outros elementos de concreto, sendo expostos por Thomas *et al.* (2008); Blanco *et al.* (2019); Hasparyk e Kuperman (2019).

Figura 1: a) Dormentes fissurados por DEF; b) Concentração de etringita maciça (DEF) bordeando o agregado graúdo.



Fonte: Hasparyk e Kuperman (2019).

Apesar da temperatura ser considerada um dos principais fatores intervenientes na ocorrência da DEF, segundo a literatura os diferentes tipos de cimento e seus constituintes apresentam grande influência no desenvolvimento da etringita tardia, segundo Odler e Chen (1995); Kelham (1996); Taylor *et al.* (2001); Zhang *et al.* (2002); Schovanz (2019) e Langoski (2021).

O uso de adições pozolânicas e minerais também é analisado na prevenção da DEF, pois suas características químicas afetam a hidratação do cimento, como exposto por Melo (2000), Nguyen *et al.* (2013) e Graeff (2017). As adições pozolânicas reagem com o hidróxido de cálcio (CH) durante a hidratação do cimento, produzindo fases mais estáveis e convertendo CH em C-S-H, de modo que o concreto se torna mais resistente ao ataque por sulfatos, com maior preenchimento dos poros capilares devido à maior quantidade de gel hidratado formado (MYURAN *et al.*, 2015).

Amine *et al.* (2017) e Asamoto *et al.* (2017) avaliaram como satisfatórios os resultados da adição de cinza volante no concreto, em substituição parcial ao cimento, para reduzir ou mitigar a DEF ao longo do tempo, sendo os teores empregados pelos pesquisadores de 15% e 25%, respectivamente. Segundo Ramlochan *et al.* (2003), o reduzido tamanho das partículas e a grande área superficial específica das adições, como a cinza volante, densificam a estrutura dos poros, diminuindo a permeabilidade da pasta de cimento, reduzindo a lixiviação dos álcalis e as expansões da DEF. Porém, segundo Famy *et al.* (2001), algumas adições possuem elevadas quantidades de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, podendo alterar a razão molar SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para níveis favoráveis à ocorrência de DEF. Além disso, o uso de adições também é estudado por reduzir o calor de hidratação do concreto, fator determinante para o desencadeamento da DEF (NGUYEN *et al.*, 2013; LEKLOU *et al.*, 2017).

Por outro lado, diversos autores, como Schovanz (2019), Bronholo (2020), Langoski (2021), Amantino *et al.* (2021), Oliveira *et al.* (2021) e Silva *et al.* (2021), verificam que o emprego dessas adições pode não inibir por completo a formação da DEF, gerando apenas um atraso e/ou redução parcial do dano causado.

Além dos estudos oriundos de estruturas reais acometidas pela DEF, alguns pesquisadores têm realizado ensaios laboratoriais para compreender o comportamento deste fenômeno, e buscar métodos de preveni-lo, tais como Melo (2000), Pavoine *et al.* (2006), Thiebaut *et al.* (2018), Giannini *et al.* (2018), Schovanz (2019) e Bronholo (2020), que estudaram concretos moldados em laboratório. Já Kelham (1996); Zhang *et al.* (2002); Aubert *et al.* (2009); Nguyen *et al.* (2013) Tiecher *et al.* (2021) e Langoski (2021) estudaram o comportamento de argamassas moldadas em laboratório, com formação de DEF induzida através de cura térmica.

Neste contexto, Godart e Divet (2007), pelo Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, conhecido como LCPC, recomendaram formas para prevenção da DEF desenvolvendo o guia técnico: Recomendações para a prevenção de danos devido à reação interna por sulfatos (*Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne*), publicado em 2007. O guia foi incorporado pelo IFSTTAR em 2014 e atualizado em 2018, com ênfase na prevenção da DEF, intitulado Recomendações para prevenção de danos devido à formação tardia de etringita (*Recommendations for preventing disorders due to Delayed Ettringite Formation*), onde são estabelecidos níveis de prevenção a partir de alguns parâmetros, como: níveis de segurança, finalidade e; condições de umidade do ambiente. O método considera os ciclos de secagem e umidificação, além do contato com a água.

O laboratório francês também publicou, em 2009, o método de ensaio n° 67 -Teste de expansão residual em testemunho de concreto extraído da estrutura (*Essai d'expansion résiduelle sur carotte de béton extraite de l'ouvrage*), onde propõe um método para analisar o desenvolvimento da DEF através de ensaios de expansão residual, a partir de amostras coletadas em campo. Além do guia técnico de prevenção e do método de extração e análise de testemunhos, foi publicado pelo LCPC, em 2007, o método de ensaio nº 66 - Reatividade de um concreto frente à reação interna por sulfatos - Teste de desempenho (*Réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne - Essai de performance*), que prevê uma metodologia para avaliar a formação da DEF em concretos moldados em laboratório, deixando a cargo do executor o ciclo térmico a ser adotado, tornando o método adaptável a especificidade de cada concreto que se deseja estudar.

Diante do exposto, esta pesquisa objetiva avançar no entendimento sobre o processo de formação da DEF em concreto, por meio de ensaios laboratoriais, considerando o tratamento térmico inicial indicado em Hasparyk *et al.* (2020) e ambiente de exposição proposto pelo método de ensaio nº 66 do LCPC.

### 1.2. Objetivo geral

Avaliar em laboratório a formação de etringita tardia (DEF), ao longo do tempo, em concretos produzidos com cimento Portland de alta resistência inicial e cimento Portland pozolânico, tomando-se como referência o método de ensaio LCPC n° 66, e contribuindo para um avanço no entendimento do comportamento da DEF e do desempenho de concretos de cimento Portland.

### 1.3. Objetivos específicos

- Investigar o potencial de ocorrência de DEF em concretos produzidos com cimentos Portland CP V-ARI e CP IV-RS por meio do método de tratamento proposto para laboratório;
- Avaliar o potencial de deterioração dos concretos pela DEF em laboratório através das suas características físicas;
- Avaliar o comportamento mecânico dos concretos induzidos à DEF em laboratório, por meio da resistência à compressão, à tração e o módulo de elasticidade, além do índice de dano à rigidez e índice de deformação plástica;
- Verificar a incidência da DEF e as diferenças na microestrutura dos concretos.

### 2. REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1. Definições de etringita

A etringita é um produto normal da hidratação do cimento, sendo um composto químico mineral de sulfato de cálcio e alumínio hidratado. A etringita, denominada primária (Figura 2), é o primeiro produto a se cristalizar durante as primeiras horas de hidratação do cimento, à temperatura ambiente, e sua formação ocorre pela combinação dos sulfatos disponíveis na solução aquosa e do aluminato tricálcico (C<sub>3</sub>A) ou ferroaluminato tetracálcico (C<sub>4</sub>AF), sendo responsável pela pega e endurecimento da pasta (MEHTA; MONTEIRO, 2014).



Figura 2: Detalhe das acículas de etringita primária.

Fonte: Neumann (2019).

Além da etringita primária, a etringita pode ocorrer de forma secundária, também conhecida como etringita tardia ou DEF (Delayed Ettringite Formation).

A formação primária ocorre no estágio inicial da hidratação do cimento, durante o período de pré-cura, enquanto a pasta ainda está no estado fresco, e, neste estágio a etringita não causa danos por expansão em virtude da alta fluidez da pasta (COLLEPARDI, 2003; SHIMADA et al., 2005; SILVA et al., 2018). Entretanto, a formação da etringita tardia ocasiona diversos danos às estruturas de concreto, visto que a mesma se forma após o endurecimento da pasta de cimento, acarretando no desenvolvimento de manifestações patológicas devidas à sua expansão volumétrica. Possui como principal sintoma fissuras multidirecionais, interconectadas entre si e preenchidas com grandes cristais de etringita (DIAMOND, 1996; TAYLOR, 1997; KATSIOTI et al., 2011; WANG et al., 2021).

### 2.2. Aspectos químicos e mecanismos de formação da etringita

As matérias-primas básicas que constituem o cimento Portland são o calcário, a sílica, a alumina e o óxido de ferro. O cimento é composto principalmente de clínquer e de adições, sendo que para a obtenção do clínquer é realizada a queima e moagem destes compostos, formando uma série de outros produtos com maior grau de complexidade.

O clínquer industrial é formado por quatro constituintes principais: alita (C<sub>3</sub>S), belita (C<sub>2</sub>S), celita ou ferroaluminato tricálcico (C<sub>3</sub>A) e brownmilerita ou ferroaluminato tetracálcico (C<sub>4</sub>AF), na nomenclatura especial dos compostos do cimento Portland (Tabela 2).

De modo geral, pode-se dizer que o cimento Portland é um produto constituído por clínquer e sulfato de cálcio. Também há os cimentos Portland compostos, que se diferenciam pela adição ou substituição de parte do clínquer por materiais pozolânicos, filer calcário ou escória de alto forno (ABNT NBR 16697, 2018).

Nomenclatura	Composição	Abreviatura
Silicato tricálcico (alita)	3CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S
Silicato dicálcico (belita)	2CaO.SiO <sub>2</sub>	$C_2S$
Aluminato tricálcico	3CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A
Ferroaluminato tetracálcico	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF
•		

Tabela 2: Principais compostos químicos do cimento.

Fonte: Neville (2016).

O cimento Portland quando em contato com a água, inicia a solubilização de seus compostos, gerando um aumento da atividade iônica devido às reações de hidratação. Essa reação origina produtos que possuem características de pega e endurecimento, conferindo propriedade adesiva ao cimento e ligando a pasta aos agregados (CINCOTTO, 2011).

A hidratação dos silicatos se dá através da interação do silicato tricálcico ( $C_3S$ ) e do silicato dicálcico ( $C_2S$ ) com a água, gerando a precipitação de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e portlandita (Ca(OH)<sub>2</sub>), conforme ilustrado de forma simplificada nas Equações 1 e 2 (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

$$2(2CaO \cdot SiO_2) + 4H_2O \rightarrow 3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O + Ca(OH)_2$$
(1)

 $2(3CaO \cdot SiO_2) + 6H_2O \rightarrow 3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O + 3Ca(OH)_2$ (2)

O silicato de cálcio hidratado é uma fase aparentemente amorfa ou semicristalina de composição variável, usualmente escrita na forma de C-S-H, que não implica em uma estequiometria específica (NEVILLE, 2016).

O C<sub>3</sub>S (silicato tricálcico) é responsável por grande parte da resistência inicial e tempo de pega da mistura, sendo considerado o constituinte mais importante do cimento, além de constituir de 50% a 70% da massa do cimento Portland, o C<sub>3</sub>S libera alta quantidade de calor quando hidratado, devido à sua elevada reatividade inicial quando em contato com a água. Os íons de cálcio, óxidos e silicatos na camada superficial da fase anidra se hidratam e se dissolvem rapidamente na solução. O C<sub>2</sub>S (silicato dicálcico), por sua vez, corresponde a 15% a 30% da massa do cimento e possui reatividade menor, desse modo contribui para a evolução da resistência em idades mais avançadas (BULLARD *et al.*, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

As reações de hidratação da alita possuem uma alta complexidade, sendo o processo de hidratação dos silicatos usualmente dividido em quatro etapas: o período de pré-indução, de indução, de aceleração e o de desaceleração (Figura 3) (COSTA, 2018).



Figura 3: Taxa de hidratação de alita.

Fonte: Traduzido de Juilland et al. (2010).

Os mecanismos de hidratação dos aluminatos iniciam-se logo após o contato com a água. A reação do aluminato tricálcico ( $C_3A$ ) na ausência do sulfato de cálcio ocorre de maneira instantânea, formando inicialmente, hidratos pouco cristalizados que, posteriormente, assumem uma forma hexagonal de monossulfatos e aluminatos de cálcio hidratado. O  $C_3A$  constitui de 5% a 10% da massa no cimento Portland, sendo a que apresenta maior reatividade, desse modo, possui grande influência na reologia e hidratação inicial da pasta. (BULLARD *et al.*, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014). O processo de hidratação do C<sub>4</sub>AF, pelo fato de designar genericamente uma série de compostos, é de difícil caracterização, além de possuir pouca influência na pasta endurecida. Segundo Mehta e Monteiro (2014) seus compostos resultantes são estruturalmente semelhantes aos formados pelo C<sub>3</sub>A.

Após a formação destes produtos de hidratação, a pasta começa a ganhar resistência e perder trabalhabilidade, comportamento indesejado ao concreto fresco. Para evitar que isso ocorra faz-se necessária a introdução de uma fonte de sulfato de cálcio, usualmente na forma de gipsita (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O). A gipsita é adicionada ao clínquer com o objetivo de controlar a cinética e calor de hidratação do C<sub>3</sub>A, formando como principal produto a etringita (trissulfoaluminato de cálcio hidratado) e o monosulfoaluminato de cálcio hidratado, regularmente chamado de monossulfato (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Em compostos de cimento puros, devido à concentração do C<sub>3</sub>A e dos íons sulfato (SO<sub>4</sub>-<sup>2</sup>) na solução, o produto cristalino formado é o trissulfoaluminato de cálcio (AFt) ou o monossulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm). A formação da etringita primária ocorre da hidratação do C<sub>3</sub>A, onde cristais se unem com compostos de hidrato de silicato de cálcio C<sub>3</sub>S<sub>2</sub>H<sub>3</sub> (C-S-H) durante o período de pré-cura, o que não causa nenhum dano significativo, pois o concreto ainda se encontra em estágios iniciais do processo de hidratação (AGUIAR 2004, BRYANT, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Segundo Taylor (1997), a formação da etringita está condicionada a uma alta relação de  $SO_4^{-2}/AI(OH)_4^{-}$ , junto com a presença de  $Ca^{+2}$ ,  $OH^{-}$  e água. Zhang *et al.* (2021) dividem o processo químico em três etapas, formação inicial de etringita devido à hidratação do C<sub>3</sub>A (Equação 3), decomposição térmica da etringita (Equação 4) e a reformação de etringita (Equação 5).

$$3\text{CaO} \text{Al}_2\text{O}_3 + 3(\text{CaSO}_4 2\text{H}_2\text{O}) + 26\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{CaO} \text{Al}_2\text{O}_3 3\text{CaSO}_4 32\text{H}_2\text{O}$$
(3)

Durante o início da hidratação do cimento, ainda na fase aquosa, a relação sulfato/aluminato é elevada, fazendo com que a etringita se cristalize, formando a etringita primária. Com o passar do tempo, as características da solução se alteram, aumentando a solubilidade dos aluminatos.

Após o sulfato da solução ser consumido, quando a concentração de aluminatos se eleva novamente, devido à renovação da hidratação do C<sub>3</sub>A e do C<sub>4</sub>AF,

a etringita torna-se instável e é gradativamente convertida em monossulfoaluminato de cálcio (TAYLOR, 1997; NEVILLE, 2016).

 $3\text{CaO} \text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{CaSO}_4 \text{ } 32\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{CaO} \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ } 3\text{CaSO}_4 \text{ } 12\text{H}_2\text{O} \text{ (AFm)} + \text{CaSO}_4 + 20\text{H}_2\text{O} \text{ (4)}$ 

Afora da condição exclusivamente da hidratação convencional inicial, quando a pasta de cimento é exposta a temperaturas superiores a 60-65°C, o elemento pode vir a apresentar sintomas de DEF, pois acima desta temperatura, a etringita primária se decompõe e gera uma fonte interna de íons sulfato. Nessa decomposição é formado o monossulfato hidratado, além de íons sulfatos, que ficam disponíveis na solução dos poros e/ou adsorvidos no C-S-H. Após o resfriamento, em temperaturas mais baixas, e na presença de umidade, a etringita é capaz de se recristalizar.

 $3CaO Al_2O_3 3CaSO_4 12H_2O + CaSO_4 + 20H_2O \rightarrow 3CaO Al_2O_3 3CaSO_4 32H_2O (AFt)$  (5)

Porém, nesta etapa o concreto já se encontra endurecido, gerando pressões de cristalização que causam expansão e fissuração do elemento (MEHTA; MONTEIRO, 2014; COUTO, 2018; SCHOVANZ *et al.*, 2019).

Visto que os mecanismos do ataque interno por sulfatos representam grandes desafios para estabelecer uma correlação entre as reações, os danos causados, o nível de expansão alcançado e as reduções das propriedades mecânicas e durabilidade, Brunetaud (2005) propôs um esquema global da deterioração do concreto afetado (Figura 4), combinando os dois principais mecanismos, a expansão uniforme da pasta e a pressão do cristal. Dividindo a curva de expansão em quatro etapas:

- 1. Fase inicial na qual ocorre a solubilização da etringita primária em virtude da alta temperatura e da presença dos álcalis;
- 2. Período latente caracterizado pela precipitação de DEF na microestrutura (poros, zona de transição e grãos de Hadley). Esta fase apresenta pouca atividade aparente, onde a expansão ocorre de forma lenta e linear, podendo apresentar variação na massa e volume do material. Quando a resistência à tração do concreto é atingida devido à pressão interna, fissuras podem surgir;
- 3. Período de aceleração da deterioração neste período ocorre uma expansão substancial e a interface pasta-agregado começa a ser preenchida com cristais de etringita de forma comprimida. É quando ocorre precipitação da DEF nas fissuras, levando à propagação das

fissuras e, portanto, à aceleração da expansão e redução das propriedades mecânicas.

4. Fase de estabilização - quando se inicia a desaceleração do inchamento, quando se esgotam as reservas de íons SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> do C-S-H, e/ou quando a abertura das fissuras é significativa suficientemente para acomodar os novos produtos, mas sem a geração de expansão suplementar

Figura 4: Esquema global do mecanismo de degradação por DEF.



Fonte: Adaptado a partir de Brunetaud (2005).

Pichelin *et al.* (2020) também consideraram esse esquema, porém dividindo-o em apenas três períodos, não considerando a fase inicial, apenas a fase latente, de aceleração e estabilização. Segundo Pichelin *et al.* (2020), a curva de expansão devido à DEF pode ser descrita como uma sigmóide, como apresentado na Figura 4, sendo esse mesmo comportamento apresentado por Portella *et al.* (2021).

### 2.3. Fatores intervenientes na DEF

Os processos que causam a DEF são complexos e ainda não são totalmente entendidos, porém sabe-se que vários fatores intervem na formação da etringita e, embora isoladamente não sejam determinantes no processo, o seu entendimento pode levar à redução ou erradicação do fenômeno deletério. De modo geral, os fatores intervenientes na DEF podem ser divididos em:

#### Composição do cimento

A composição dos cimentos e as suas características físico-químicas além de definirem sua nomenclatura e a melhor aplicação, também apresentam relação direta com a ocorrência de manifestações patológicas; no caso da DEF a quantidade de C<sub>3</sub>S, C<sub>3</sub>A, SO<sub>3</sub>, MgO, a finura do cimento e o teor de álcalis são fatores de grande influência na formação de etringita tardia. Ainda, a relação SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> também se mostra um parâmetro importante a ser avaliado.

### SO<sub>3</sub> e relação SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Teores de sulfato superiores a 3% podem propiciar condições para a DEF, segundo Heinz et al. (1999) e Taylor et al. (2001). Entretanto, a norma brasileira permite que esse parâmetro SO<sub>3</sub> possa a 4,5% nos cimentos (NBR 16697:2018). A norma americana ASTM C-150 estipula limites diferentes de acordo com o tipo de cimento empregado, variando de 2,3% a 4,5% (ASTM, 2021). Ainda, a razão molar entre o SO<sub>3</sub> e o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> no cimento foi considerada de grande importância desde os trabalhos pioneiros em DEF induzida por experimentos laboratoriais, como é o caso de Heinz e Ludwig (1987), os quais constataram que argamassas de laboratório expostas a um ciclo simulado de cura a vapor aumentavam de volume progressivamente com o aumento da razão molar de SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Entretanto, pesquisas posteriores realizadas por Grabowski et al. (1992), Fu et al. (1997) e Famy (1999) demostraram que a expansão era mais alta para cimentos cuja proporção era próxima de 1,00. Zhang et al. (2002) concluíram que cimentos com relação molar inferior a 0,80 não tenderiam a apresentar DEF, já Bauer et al. (2006) citam uma relação limite empregada por Day (1992) de 0,67 de forma a evitar a DEF, e Tosun (2006) atribui o valor limite de 0,5, sendo este o mais conservador dentre os demais citados.

Ambientes onde há elevada presença de sulfatos (SO<sub>3</sub>) e baixa ou nenhuma presença de aluminatos (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), assim como o contrário, ambientes com pouco ou nenhum sulfato e elevada presença de aluminatos, a fase de sulfoaluminato não é formada, ou seja, se a relação SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for desbalanceada, a fase de sulfoaluminato presente ao final do tratamento térmico será a etringita ou o monossulfato. Porém, também deve ser analisado o tipo de cimento empregado, assim como as condições de cura e de exposição do concreto (ZHANG *et al.*, 2002; FERREIRA, 2013). De acordo com Heinz e Ludwig (1987), a proporção de sulfato parece ter maior

importância na determinação deste comportamento, sendo sugerida também a análise da razão (SO<sub>3</sub>)<sup>2</sup>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pois este apresenta melhores correlações com os efeitos da DEF, considerando cimentos com esta proporção inferior a 2,0 como não suscetíveis ao ataque de DEF, e estabelecendo este valor como uma "proporção segura" para os cimentos (BAUER *et al.*, 2006).

Tipos de cimento e caracteristicas da dosagem do concreto

Os diferentes tipos de cimento Portland reagem e liberam calor de forma distinta durante a hidratação, o que está diretamente relacionado à sua composição, ou seja, devido aos diferentes teores de clínquer e adições que são colocados no processo de fabricação. A hidratação dos quatro compostos principais do clínquer é exotérmica (TAYLOR, 1997). Porém, a quantidade de calor liberado por cada um deles é diferente. Por exemplo, cimentos de alta resistencia inicial, de modo geral, são os que apresentam com maior frequência expansões ocasionadas pela DEF devido ao seu elevado calor de hidratação decorrente do elevado teor de clínquer e maior finura, que leva à uma reação de hidratação mais rápida e intensa quando comparado aos demais cimentos que possuem adições pozolânicas (CINCOTTO, 2011).

O C<sub>3</sub>A é o composto do clínquer responsável pela maior liberação de calor nas primeiras horas de hidratação, sendo cerca de cinco vezes maior que a do C<sub>2</sub>S aos três dias (DIAMOND, 1996; TAYLOR, 1997; MEHTA; MONTEIRO, 2014). O uso de adições minerais ou pozolânicas também é adotado para reduzir o calor de hidratação do cimento; pesquisadores como, Nguyen *et al.* (2013) e Graeff (2017) analisam a influência destas adições na tentativa de evitar a DEF.

A finura do cimento também afeta a expansão por DEF, pois interfere na porosidade e microestrutura da pasta nas primeiras idades e em idades tardias (MELO, 2010). Cimentos com elevada finura tendem a apresentar expansões superiores em idades avançadas. Em idades mais jovens, devido à estrutura relativamente densa da pasta, dependendo do tipo de cimento, o transporte de umidade costuma ser baixo, podendo retardar o surgimento da DEF. Entretanto, a lenta penetração da água em um longo período de tempo faz com que a etringita se quando outras condições de formação estão disponíveis propague concomitantemente como a supersaturação da água dos poros, SO<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e álcalis, fazendo com que expansões elevadas e deletérias sejam originadas (TOSUN, 2006; PAVOINE *et al.*, 2012)

A relação a/c do concreto influencia diretamente a hidratação do cimento, alterando a estrutura interna dos produtos cimentícios o que, por sua vez, afeta o comportamento de expansão por DEF (ZHANG *et al.*, 2021). Nessa mesma linha, Siedel *et al.* (1993) ainda comentam sobre a alteração na morfologia dos cristais de etringita formados.

De acordo com Lawrence (1995) e Older e Chen (1995), embora a ocorrência de expansão por DEF seja acelerada quando a mistura possui elevada relação a/c, o nível final de expansão pode ser reduzido. A porosidade e o tamanho dos poros/vazios aumentam quando a relação a/c é elevada, o que contribui para a movimentação dos íons, acelerando a neoformação da etringita. Entretanto, a pressão de expansão terá comportamento inverso até a acomodação total dos produtos nos poros (SHIMADA *et al.*, 2005; BRYANT, 2011).

#### Quantidade de álcalis no cimento

Elevados teores de álcalis no cimento podem retardar ou inibir a progressão normal da formação da etringita primária, pois o hidróxido de potássio acelera a hidratação do C<sub>3</sub>S e retarda a formação de etringita. O retardo da formação de etringita e a aceleração da hidratação do C<sub>3</sub>S por temperatura e álcalis fornecem um mecanismo pelo qual os íons sulfato podem ser incorporados no gel C-S-H e não formar, portanto, de imediato a etringita primária (BROWN, 1993; SAHU; THAULOW, 2004), estando disponível para reagir tardiamente.

O conteúdo alcalino do cimento foi relacionado à magnitude da expansão induzida por DEF por vários pesquisadores como Kelham (1996) e Grattan-Bellew (1998), que testaram amostras de argamassa, e Hobbs (1999), amostras de concreto, produzidas em laboratório e tratadas termicamente. Os pesquisadores verificaram que os compósitos cimentícios que apresentavam maiores teores de álcalis geralmente exibiam expansões mais altas induzidas por DEF ao longo do tempo.

A capacidade de adsorção de íons SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> no C-S-H é alta e depende da basicidade da solução dos poros do concreto e da temperatura na qual a estrutura de concreto está exposta. Ou seja, uma solução com pH e temperatura elevados favorece essa adsorção. Portanto, temperaturas elevadas de cura e maior teor de álcalis no cimento resultam em gel C-S-H rico em íons sulfato e hidróxido de cálcio

como produtos de hidratação. Nessa situação, qualquer alteração nas condições que promovam uma supersaturação da solução em relação à etringita deve levar ao desenvolvimento da DEF (FAMY *et al.,* 2001; MARTIN *et al.,* 2012; WANG *et al.,* 2016).

Condições de cura e ambiente de exposição

As condições de cura dos concretos e argamassas modificam os tipos de hidratos formados para um mesmo cimento, podendo contribuir para o desenvolvimento da DEF, sendo os principais parâmetros influentes a temperatura máxima de cura, a taxa de elevação da temperatura, o período de pré-cura e a umidade presente (MELO, 2010; MALBOIS *et al.*, 2019; ZHANG *et al.*, 2021).

A pré-cura retrata as primeiras horas de hidratação, quando as temperaturas ainda não são demasiadamente elevadas, sendo esse intervalo de tempo suficiente para que a pega inicial do cimento se complete (MELO, 2010). Thaulow, Johansen e Jakobsen (1999) recomendam um período de pré-cura de pelo menos 2 a 4 horas, pois, caso o concreto ainda estado fresco seja submetido a temperaturas elevadas antes do final da pega do cimento, ele poderá vir a apresentar menores resistências e maior suscetibilidade à ocorrência de danos por DEF.

Em relação à temperatura, diversos autores atribuem que as expansões tendem a acontecer quando a temperatura de cura é elevada, restringindo a formação inicial da etringita. Isso, pois em altas temperatura a etringita que se torna termodinamicamente instável e se decompõe em monossulfoaluminato de cálcio hidratado, liberando sulfatos para a solução dos poros. Além disso, em temperaturas elevadas, os sulfatos liberados pelo cimento não reagem completamente com o aluminato tricálcico e, desse modo, ficam disponíveis para a solução dos poros (YANG *et al.*, 1996; BAUER *et al.*, 2006).

Diversos autores atribuem a temperatura máxima entre 60°C e 80°C, porém, não há um consenso em relação ao valor limite da temperatura de cura, visto que a formação da DEF também está relacionada com outros fatores intervenientes, de modo que autores como Sahu e Thaulow (2004) verificaram a ocorrência de DEF em elementos curados termicamente a 60°C, mesma temperatura estipulada como limite para Stark *et al.* (2013) e Höhlig *et al.* (2017). Já Scrivener *et al.* (1999), Kchakech *et al.* (2016) e Sanchez *et al.* (2018) atribuem como temperatura máxima 65°C, enquanto Diamond (1996), Kelham (1996), Taylor (1999) e Ma *et al.* (2017) adotam 70°C como temperatura limite. Nesse contexto, o guia técnico de recomendações para prevenção de danos devido à formação tardia de etringita (IFSTTAR, 2018) estabelece parâmetros e níveis de prevenção que variam de 65°C a 80°C, de acordo com as demais condições presentes.

• Fissuras pré existentes e associação com outras patologias

Fissuras pré-existentes são um parâmetro importante para entender a expansão ocasionada pela DEF. Segundo Collepardi (2003), estas fissuras podem vir de várias fontes, como a reação álcali-agregado, por exemplo, ou altas tensões localizadas, cargas dinâmicas em serviço, retração plástica, além de associações com outras patologias pré-existentes. Neville (2016) relata que o aumento da taxa de aquecimento durante o período de cura pode ocasionar microfissuras devido às diferenças entre os coeficientes térmicos de expansão dos materiais e, dessa maneira, enfraquecendo a matriz cimentícia e a interface pasta-agregado.

Estas fissuras pré-existentes facilitam o acesso adicional de água e aceleram a cinética de aparecimento de DEF dentro do concreto sem aumentar a amplitude das deformações (PICHELIN *et al.*, 2020). Por outro lado, Fu (1996) e Bauer *et al.* (2006) acreditam que essas microfissuras podem levar a uma elevada e acelerada expansão da DEF, pois os íons sulfato, após a liberação do gel C-S-H, irão se difundir e reagir nas microfissuras para formar etringita novamente, que irá expandir e eventualmente fissurar o concreto.

Os "vazios" no sistema fornecem locais onde os íons podem ser facilmente concentrados, com a presença de água, a alta concentração de íons resulta em maior grau de supersaturação nesses vazios, fazendo com que ocorra a recristalização e crescimento da etringita. Sendo comumente observadas grandes quantidades de cristais de etringita nos vazios do elemento analisado (ZHANG *et al.,* 2021)

#### 2.4. Diagnósticos e casos da DEF

Os primeiros casos de DEF na literatura ocorreram em elementos de concreto pré-moldado (dormentes de ferrovias) submetidos a tratamento térmico inadequado, com curas a elevadas temperaturas (> 60°C). Porém, os principais casos relatados envolvem pontes, barragens, pilares, vigas, entre outros elementos de concreto massivo que atingiram elevadas temperaturas devido ao calor de hidratação.

Demétrio Filho *et al.* (2020) expõem casos de DEF em sapatas e blocos de coroamento (Figura 5), definindo que elementos cuja menor dimensão seja superior a 60 cm, devem ser tratados como elementos de concreto massivo, também conhecidos na literatura como concreto massa.

A DEF se diferencia das demais reações por sulfato principalmente pelo fato de afetar o interior do concreto sem a necessidade de entrada de sulfatos externos, levando ao aumento de massa, expansão e consequente fissuração da estrutura (GODART e DIVET, 2013; HASPARYK *et al.*, 2016; DEMÉTRIO FILHO *et al.*, 2020).



Figura 5: Blocos de coroamento fissurados por DEF na superfície horizontal e lateral.

Fonte: Demétrio Filho, 2020.

A DEF pode ocorrer em combinação com outras reações deletérias, e principalmente associada às reações do tipo álcali-sílica (RAS); nesse caso pode ser difícil determinar qual é realmente o mecanismo dominante de deterioração, pois ambas causam expansão e fissuração semelhantes, mas com causas diferentes (HASPARYK; KUPERMAN, 2021). Há indícios de que a DEF seja um fator contribuinte em um número significativo de casos que foram previamente atribuídos apenas à RAS (THOMAS *et al.*, 2008; INGHAM, 2012).

Sahu e Thaulow (2004), apresentaram um caso de fissuração mapeada em dormentes de uma ferrovia na Suécia (Figura 6), na qual, apesar de a temperatura máxima da cura térmica ter sido de 60°C, ou seja, dentro do limite estabelecido por vários pesquisadores, as manifestações da DEF foram atribuídas à vários fatores combinados como: alto consumo de cimento no concreto, cimento com alta superfície específica, alto teor de álcalis, alto teor de sulfato, alto teor de óxido de magnésio, bem como alta reatividade da fase de ferrita no cimento.
Figura 6: Dormente fissurado em ferrovia na Suécia.



Fonte: Sahu e Thaulow (2004).

Em Portugal, Silva *et al.* (2008) relataram um caso ocorrido durante inspeção em ferrovias no ano de 2003, onde diversos dormentes apresentavam fissuras mapeadas (Figura 7). Análises mineralógicas e microestruturais nos concretos constataram a presença simultânea da RAS e DEF a partir dos produtos formados. No estudo, foi verificado que o processo de fabricação dos dormentes incluiu um período de cura a vapor, no qual não houve registro ou controle de temperatura. Os autores estimam que a temperatura tenha atingido facilmente 70°C a 80°C no período do verão.

Figura 7: Dormentes fissurados devido à DEF.



Fonte: Silva et al. (2008).

Thomas *et al.* (2008) realizaram um estudo de diagnóstico em pilares de um viaduto construído no fim da década de 1980, no sul dos Estados Unidos. Essa análise revelou deterioração precoce de estruturas antes de 10 anos após a sua concretagem. Após quinze anos, já havia pilares com danos mais severos (Figura 8). Com base nos registros da época da construção, foi utilizado um cimento de alta resistência inicial com elevado calor de hidratação, o consumo de cimento foi de 450 kg/m<sup>3</sup>. Estes fatores, aliados às dimensões dos pilares (no mínimo 2 m) resultaram

em aumento significativo da temperatura interna do concreto, que ultrapassou 65°C, favorecendo o processo de formação da etringita tardia e a deterioração (Figura 9).



Figura 8: Deterioração dos pilares após 15 anos.

Fonte: Thomas et al. (2008).

Figura 9: Micrografia do concreto indicando zona de transição e fissura preenchidas por etringita.



Fonte: Thomas et al. (2008).

Na França, Godart e Divet (2013) realizaram uma síntese de diversos casos de DEF em estruturas de concreto de pontes (Figura 10), reforçando relatos anteriores apresentados em Divet (2001).

A ponte Bourgogne, construída entre 1989 e 1992 sobre o rio Saône, na França, e a sua base, em contato intermitente com a água, de acordo com o nível do rio, apresentou diversas fissuras multidirecionais relacionadas ao fenômeno da DEF. Esse diagnóstico foi confirmado a partir de um cálculo de elementos finitos para determinar a temperatura atingida nos elementos analisados, bem como por meio de testes laboratoriais do concreto reconstituído. As investigações laboratoriais confirmaram que os concretos excederam a temperatura de 70°C e, com o auxílio de análises de microscopia eletrônica de varredura, confirmou-se que os elementos apresentavam manifestações patológicas ocasionadas pela DEF.

Uma outra ponte, Bellevue, construída em Nantes (França), entre 1988 e 1989, apresenta elevada fissuração em seus elementos maciços de concreto, também ocasionadas pela DEF. Neste caso, para estimar a temperatura máxima atingida pelo concreto foi utilizado o método simplificado de cálculo apresentado no anexo 4 do guia LCPC (LCPC 2007), através do qual, concluíram que a temperatura máxima do concreto foi de 75 °C.



Figura 10: a) Ponte Bourgogne; b) Ponte Bellevue.

Fonte: Godart e Divet (2013).

No Brasil, Hasparyk *et al.* (2016) realizaram uma extensa investigação para avaliar as prováveis causas que levaram à intensa fissuração e deterioração em blocos de fundação de uma edificação do nordeste brasileiro (Figura 11 (a e b)). Foram realizadas análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de testemunhos de concreto extraídos e, também, foi feita a reconstituição do traço, a fim de verificar a possibilidade de a massa de concreto ter atingido elevadas temperaturas. Com base no quadro fissuratório observado em campo e tendo como referência os resultados dos estudos laboratoriais nos testemunhos de concreto, os autores concluíram que a estrutura de concreto apresentava alterações químicas prejudiciais, destacando-se a identificação da presença simultânea dos dois tipos de patologias (RAA e DEF), confirmados por meio dos produtos formados verificados com a análise de MEV (Figura 11 (c e d)). Figura 11: Fissuração presente no bloco de concreto de fundação: a; b) Fotos durante a inspeção; c) Micrografia indicando a etringita tardia na zona de transição; d) Produtos da RAS observados por MEV.



No estudo de Hasparyk *et al.* (2016), a incidência da RAA foi explicada a partir das análises dos agregados, que eram constituídos por minerais potencialmente reativos, e das análises por MEV. No caso da DEF, levando em consideração os estudos por MEV e os dados de reconstituição de traço, chegou-se à conclusão que em associação com a RAA também ocorria o ataque interno por sulfatos (DEF), tendo o concreto atingido temperaturas acima de 80°C.

Blanco *et al.* (2019), analisaram uma barragem construída em 1955 que apresentou fissuração em decorrência da DEF. O vertedouro apresentava fissuras horizontais. Essas fissuras já haviam sido relatadas em 1989 e 1996, além de fissuras mapeadas observadas na face a montante e nas paredes dos diques (Figura 12). Foram realizadas análises microestruturais para confirmar os agentes causadores das patologias apresentadas. Dessa maneira, foi confirmada a presença de agregados reativos e a formação de gel característico da reação álcali-sílica, assim como a presença de etringita tardia junto ao gel. A alta concentração de etringita e a sua distribuição por toda a matriz indicaram DEF, o que foi corroborado por simulação

térmica, onde foi constatado que o concreto atingiu a temperatura de 70°C durante a construção.





a)



# 2.5. Métodos para avaliar o potencial para a DEF

Os mecanismos da DEF são complexos quando comparados à outras manifestações patológicas que ocorrem no concreto. Além disso, até o momento a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) não possui normas ou testes estabelecidos para a avaliação do potencial de ocorrência da DEF em elementos de concreto. Há, no entanto, metodologias laboratoriais e ensaios, que foram publicados buscando encontrar as melhores maneiras de avaliar as condicionantes e mensurar o potencial da formação de etringita tardia, a fim de tentar desenvolver protocolos capazes de avaliar o potencial para a DEF em laboratório.

O método de Duggan é o mais antigo, tendo sido inicialmente considerado como um meio acelerado de avaliar o potencial de reatividade álcali-agregado. Porém, segundo Gillott et al. (1989), a formação de etringita tardia é a principal causa de expansão de cimentos e concretos expostos a esse teste, sendo atualmente uma técnica alternativa, utilizada por alguns pesquisadores para o estudo da DEF, tendo como principal característica o curto prazo de ensaio, em comparação aos demais métodos, tendo sido empregado por Grabowski et al. (1992) e Torres (2016). Por ser de curta duração (30 dias), pode ser utilizado para avaliar a capacidade expansiva de concretos antes de serem aplicados, ou para investigar a deterioração de estruturas de concreto existentes, dando uma indicação do potencial de expansão futura devido à DEF. Segundo Grabowski et al. (1992), a expansão medida no teste de Duggan retrata a DEF. Os corpos de prova ensaiados são imersos em água destilada por três dias. sendo submetidos а três ciclos de aquecimento/resfriamento е molhagem/secagem durante um período de sete dias (Figura 13). Ao final dos ciclos, os testemunhos são imersos em água destilada, sendo realizadas medições durante 20 dias. As amostras de concreto testados pelo método de Duggan que expandem 0,05%, ou mais, apresentam indícios expansão deletéria desencadeada por DEF (DAY, 1992; GRABOWSKI et al., 1992; Torres, 2016). Vale salientar preocupação com o tamanho bastante reduzido dos corpos de prova cilíndricos propostos pelo método, com 25 mm de diâmetro e 50 mm de altura. Lawrence et al. (1990) destacam diversas preocupações a respeito deste método, em especial ao tamanho das amostras, cujas dimensões não seriam representativas da estrutura de concreto e testes em núcleos pequenos podem ampliar a intensidade do efeito da formação de etringita tardia.



Fonte: Adaptado de Day (1992).

Odler e Chen (1995) estudaram a expansão e o conteúdo de etringita em uma série de amostras de pastas de cimento Portland, preparadas a partir de cimentos contendo diferentes quantidades de C<sub>3</sub>A e SO<sub>3</sub>, variando as condições em que as mesmas eram curadas. O objetivo dos pesquisadores foi estudar o efeito da composição do cimento na expansão por DEF, assim como a relação entre a quantidade de etringita formada e o grau de expansão. Foram utilizados quatro diferentes tipos de cimento e quatro diferentes regimes de cura para os concretos (Figura 14). Nesses regimes de cura os CPs eram mantidos a 20°C por 30 minutos

ou 4 horas; em seguida, aquecidos à temperatura de 50°C ou 90°C, permanecendo por um período variável até o início do ciclo de resfriamento.



Figura 14: Regimes de cura adotados por Odler e Chen (1995).

Pavoine *et al.* (2006) desenvolveram uma pesquisa de um método laboratorial, onde foram utilizadas variáveis como: tempo de cura do concreto antes da aplicação dos ciclos; tempo mantido em um compartimento saturado com água; duração de um ciclo de secagem e molhagem; número de ciclos antes da imersão permanente da amostra de concreto; temperatura de secagem e líquido onde as amostras foram mantidas durante a fase de molhagem e imersão permanente.

O método adotado por Pavoine *et al.* (2006) consistiu em quatro etapas: tratamento térmico, que simula o tratamento em uma fábrica de pré-moldado, ou o aumento de temperatura, que ocorre no concreto devido ao calor de hidratação; dois ciclos de secagem e molhagem, cada ciclo levando 14 dias e consistindo de duas fases (secagem por sete dias, em um recipiente a 38°C, com uma umidade relativa de 30%, seguida de imersão por sete dias em água, a 20°C); e monitoramento da expansão longitudinal das amostras imersas em água a 20°C. Após o descrito, os pesquisadores ensaiaram corpos de prova simulando o tratamento recebido em fábricas de pré-moldado, passando por fase de pré-tratamento: 30 minutos a 20°C; aumento da temperatura: duas horas a uma taxa de 30°C/h; período de temperatura constante a 80°C por uma hora. Após foram submetidos à fase de resfriamento: 30 minutos para atingir a temperatura final de 45°C. Já no caso da simulação da elevação

do calor de hidratação do cimento no concreto, foi utilizado cálculo computacional através de elementos finitos para definir parâmetros semelhantes aos utilizados na construção do elemento em estudo, de modo que o núcleo do concreto atingisse uma temperatura próxima a 80°C após 15 horas de hidratação, e permanecendo a uma temperatura acima de 70°C por mais de três dias (PAVOINE *et al.*, 2006).

Uma pesquisa de DEF realizada sem cura térmica, porém, com a análise da evolução do calor gerado a partir do calor de hidratação do próprio cimento encontrase em Melo (2010). A pesquisadora avaliou dois consumos de cimento (350 kg/m<sup>3</sup> e 450 kg/m<sup>3</sup>) e o estudo foi todo realizado seguindo o mesmo ambiente empregado para o estudo da elevação adiabática de temperatura do concreto, empregando-se, portanto, um calorímetro adiabático. A autora observou que com o aumento do consumo de cimento, a temperatura de cura foi superior, devido ao maior calor de hidratação, levando ao aumento dos poros preenchidos por cristais de etringita e redução no teor de ar incorporado, de 5,6% para 4,2%. Mesmo sem efeitos negativos para as propriedades mecânicas até a idade avaliada, de 270 dias, a autora destaca que o aumento da temperatura interna do concreto, pelo próprio calor de hidratação, acima de 60°C, resultou na formação de etringita tardia, comprovada através de análises microestruturais, destacando a possibilidade de DEF ocorrer em elementos de grandes seções

Outra metodologia para DEF é apresentada por Kchakech *et al.* (2016). Os autores realizaram ensaios laboratoriais em concretos para verificar o efeito da cura térmica, sendo que o objetivo da pesquisa foi confirmar as afirmações propostas por Martin *et al.* (2012) e Baghdadi (2008), em estudos prévios. Foram testadas diferentes temperaturas máximas de cura e períodos, a saber: 61°C, 66°C e 81°C por 14 dias, e 71°C por 28 dias. O período de aquecimento ocorreu duas horas após a moldagem dos corpos de prova, com taxa de aquecimento de 5°C/h, seguido por um período de temperatura constante, e fase de resfriamento na mesma taxa até atingimento da temperatura de 20°C. Após o tratamento térmico, as amostras permaneceram seladas por alumínio, e acondicionadas em câmara climática a 38°C por 12 horas; em seguida, todos os corpos de prova foram armazenados em água a 38°C, a fim de acelerar a cinética da DEF. Por meio da análise das expansões os autores verificaram que o limite de aquecimento para as misturas testadas está entre 61°C e 66°C, pois o primeiro caso apresentou pouca expansão, 0,015% com 550 dias, não acusando

efeitos de DEF, já a segunda temperatura mencionada atingiu a expansão de 0,16%, com 200 dias, ou seja, sinalizando potencial DEF.

Martin *et al.* (2017) executaram em laboratório uma viga de 0,25 m x 0,50 m x 3,00 m, utilizando agregado reativo e exposta a um tratamento térmico com temperaturas de cura de 80°C, conforme Figura 15, para simular as condições de cura de uma estrutura maciça e induzir a DEF e RAA. Após o tratamento térmico inicial, a viga foi armazenada e monitorada em laboratório a uma temperatura constante de 38°C. O fundo da viga foi imerso em água, enquanto a parte superior foi mantida com umidade relativa de 30%, além de serem seladas as superfícies laterais com folhas de alumínio, criando, assim, um forte gradiente de umidade unidirecional na amostra.



Fonte: Traduzido de Martin (2013).

Este procedimento levou ao desenvolvimento de elevados níveis de expansão devida à RAA e à DEF, principalmente na parte inferior da viga. Este elemento permaneceu em ambiente interno com umidade relativa de cerca de 76% durante 34 meses, após esse período foram extraídos testemunhos de concreto de 100 mm x 200 mm (diâmetro x altura) para a avaliação da expansão residual. Seguindo procedimentos derivados de Fasseu (1997) e Pavoine e Divet (2009). Os corpos de prova foram armazenados em água a 38°C por 24 horas, de modo a permitir sua "resaturação" e, em seguida, iniciaram-se os ensaios propostos. Os corpos de prova permaneceram armazenados em água a 38°C durante o período analisado (600 dias).

Além da análise das expansões, que atingiram valores de até 1,5%, os autores também buscavam avaliar a utilização dos ensaios de dano de rigidez (*Stiffness Damage Test* – SDT), a expansão residual e o índice de dano (*Damage Rate Index* – DRI), como ferramentas para avaliar a DEF. Após a análise dos resultados, os autores concluíram, pelos três procedimentos, foram capazes de fornecer o grau de dano do elemento estudado, permitindo estimar a expansão alcançada pelo concreto e podem potencialmente ser utilizados em conjunto na compreensão do progresso de reações internas.

Já Giannini *et al.* (2018) estudaram a DEF em concreto baseando-se em um método adaptado de Kelham (1996). Duas misturas foram moldadas e os CPs submetidos a um regime de cura, com elevação da temperatura de 23°C para 90°C em 4 horas, permanecendo nesta temperatura por 12 horas e resfriados a 23°C. Ao final do tratamento térmico, as amostras foram desmoldadas e armazenadas em água saturada de cal a 23°C, por 24 horas. Nesta pesquisa, assim como Martin *et al.* (2017), além de avaliar a influência do tratamento térmico na expansão dos concretos, os autores também avaliaram dois diferentes métodos do ensaio de SDT para o estudo dos danos causados pela DEF, concluindo que o método de Sanchez *et al.* (2016) é o mais adequado para estes casos. Também verificaram que mesmo com diferentes expansões para cada mistura, 1% e 0,45%, ambas apresentaram acentuada queda das resistências mecânicas ao longo do tempo.

Algumas metodologias propostas se destacaram ao longo do tempo, sendo transformados em guias, protocolos ou instruções técnicas com vasta aceitação na literatura, sendo adotados por diversos autores, dentre esses métodos, destacam-se o método brasileiro de FURNAS proposto por Hasparyk, Kuperman e Schovanz (2020), e o método francês, do LCPC, proposto por Pavoine e Divet (2007).

# 2.5.1. Método francês (LCPC)

O método desenvolvido pelo Laboratório Central de Pontes e Estradas da França (*Laboratoire central des ponts et chaussées*), conhecido como LCPC (LCPC, 2007) apresenta uma metodologia de ensaio para avaliar a capacidade de um concreto suportar uma reação interna de sulfato devido à DEF. O teste é aplicável a concretos que venham a sofrer elevação de temperatura superior a 65°C, além de estarem expostos a ambiente úmido (IFFSTAR, 2018). O método pode ser

empregado no contexto de validação de misturas de concreto, tendo em vista que as conclusões fornecem informações sobre a durabilidade, relacionando a mistura de concreto e o ciclo térmico, testados em relação à DEF (LCPC, 2007).

A execução do método, registrado como n°66 do LCPC, consiste em quatro etapas: a) fabricação do concreto; b) tratamento térmico, simulando vapor ou aquecimento de uma peça maciça sujeita a elevado calor de hidratação do cimento; c) ciclos de secagem e umidificação; d) monitoramento de deformações longitudinais de amostras imersas em água. O tratamento térmico não restringe temperaturas e ciclos, ficando a critério do pesquisador realizar a coleta de dados relacionados ao ciclo de calor sofrido pelo concreto na fábrica ou estimada para aquele concreto. No caso do estudo de concreto da indústria de concreto pré-moldado, essas informações devem ser fornecidas pelo fabricante. Para o estudo de estruturas de concreto maciço, produzido no local, são propostos dois métodos para coletar os dados necessários para a realização do teste laboratorial, sendo eles:

- Utilizar um software de cálculo numérico capaz de fornecer o ciclo térmico através de uma simulação de aquecimento.
- Caracterizar o ciclo térmico através de medições do aquecimento e resfriamento de um bloco teste representativo da peça de concreto e equipado com sensor de temperatura central.

Os ciclos de secagem e umidificação são compostos por dois ciclos de 14 dias, totalizando 28 dias, que se iniciam logo após o final do tratamento térmico, não devendo exceder o período de 1 hora. Após desmoldar e pesar os corpos de prova, eles são colocados em uma câmara climática a 38°C e UR <30% por sete dias (ciclo de secagem), após esse período os corpos de prova de concreto ficam imersos durante 7 dias, em água a 20  $\pm$  2°C (ciclo de umidificação).

O monitoramento das deformações longitudinais das amostras inicia-se ao final do último dia de ciclo, e, em seguida, os CPs são armazenados em tanque com água a 20 ± 2°C. Ressalta-se que para limitar a lixiviação do concreto, deve-se evitar a renovação da solução de imersão das amostras durante o teste, porém, se necessário, o nível da água pode ser ajustado. Também devem ser tomadas medidas para limitar a evaporação da solução e a armazenagem de vários corpos de prova no mesmo tanque, que deve ser limitada a concretos produzidos com cimento do mesmo fabricante.

A medição realizada no último dia da fase de umidificação do segundo ciclo constitui o ponto zero do teste. Recomendam-se medições a cada 7 dias, durante 2 meses e, depois, a cada 2 semanas, durante 4 meses e, a cada 28 dias, durante os últimos 5 meses. Porém, estes prazos podem ser adaptados de acordo com a reatividade do material, desde que a frequência possibilite a interpretação dos resultados.

A interpretação dos resultados envolve a análise dos dois critérios a seguir, em conjunto, para que o concreto seja apto para uso, considerando os dados de expansão.

- Critério 1: O resultado médio obtido a partir de três corpos de prova deve ser inferior a 0,04%, e nenhum resultado individual pode exceder o valor de 0,06%, aos 12 meses de ensaio. A variação mensal da deformação longitudinal média dos três CPs deve ser determinada a partir do terceiro mês e deve ser inferior a 0,004%.
- Critério 2: Caso a expansão individual de algum CP esteja compreendida entre 0,04% e 0,07% aos 12 meses, o ensaio deverá ser prolongado até 15 meses, sendo feita uma nova avaliação. A variação mensal da deformação longitudinal média dos três CPs, determinada a partir do 12º mês, deve ser inferior a 0,004%, a variação acumulada entre o 12º mês e o 15º mês inferior a 0,006%.

#### 2.5.2. Método brasileiro (FURNAS)

No ano de 2020, foi publicado um método de ensaio corporativo (FURNAS), por Hasparyk, Schovanz e Kuperman (2020), para avaliar o potencial de desenvolvimento da DEF com base no método empregado por Schovanz (2019). O método dura um ano e traz como limite a expansão de 0,04% quando é testado um cimento sem adições, conforme apresentado na Figura 16. Já na presença de outros tipos de cimento, os autores recomendam estender o ensaio até a idade de 2 anos.



Figura 16: Tratamento térmico proposto para o método brasileiro.

Fonte: Extraído de Hasparyk et al. (2020).

Os métodos de ensaio adotados por Schovanz (2019) e Bronholo (2020) que deram origem ao método brasileiro, foram baseados a partir dos apresentados por Fu (1996), Kchakech *et al.* (2016) e Rashidi *et al.* (2017), porém, contemplando algumas alterações. Estes métodos foram empregados para induzir a DEF em concretos moldados em laboratório, empregando dois tipos de cimento Portland (CP V e CP IV), de forma a avaliar o seu potencial expansivo. Em Schovanz (2019), os concretos permaneceram em temperatura ambiente por 6 horas e, em seguida, foram imediatamente imersos em tanque com água a 25°C, sendo promovido o aquecimento a uma taxa de 10°C/h até a temperatura de 85°C, na qual permaneceu por 12 horas. Após esse período, realizou-se o resfriamento da água do tanque até a temperatura de 38°C, e os CPs permaneceram imersos nesta condição até as idades definidas de ensaio (270 dias).

A única diferença do método empregado por Bronholo (2020) foi de que os CPs não ficaram imersos em água durante o ciclo térmico, mas em câmara climática (com umidade controlada de 98%), até o momento de atingirem a temperatura de 38°C. Porém, após resfriamento, os CPs também foram imersos em água. Esta metodologia também foi aplicada por Langoski *et al.* (2021) no estudo da DEF em argamassa, com duração de 1 ano.

## 3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Para avaliar a formação da etringita tardia e os seus efeitos em corpos de prova de concreto, foi elaborado um programa experimental envolvendo dois diferentes cimentos, sendo os CPs submetidos a condições de cura favoráveis à ocorrência da DEF. Para essa avaliação, foram realizados ensaios de expansibilidade, variação de massa, resistência à compressão e à tração, módulo de elasticidade estático e teste de dano de rigidez (SDT), além de análises da microestrutura dos concretos por meio de inspeções visuais, índice de dano (DRI), MEV/EDS e análise termogravimétrica TGA/DTG.

As etapas do programa experimental estão ilustradas no fluxograma da Figura 17 e descritas a seguir.





# 3.1. Materiais

## 3.1.1. Aglomerantes

Os aglomerantes hidráulicos empregados nesta pesquisa foram cimento Portland pozolânico resistente a sulfatos, designado pela sigla CP IV-32 RS e cimento Portland de alta resistência inicial, denominado CP V-ARI, ambos da mesma marca, ou seja, com clínquer de mesma origem.

Foram determinadas as características químicas, físicas e mecânicas dos cimentos em estudo, conforme apresentado nas Tabelas 3 e 4

Tabela 5. Calacterísticas químicas dos cimentos.							
		Cimento C	CP V-ARI	Cimento CP IV-32 RS			
Propriedade determinada	Notação química	Valores encontrados (%)	Exigências ABNT NBR 16697:2018	Valores encontrados (%)	Exigências ABNT NBR 16697:2018		
Perda ao fogo	)	3,59	≤ 6,50	4,59	≤ 6,50		
Resíduo insol	úvel	0,70	≤ 3,50	25,18	-		
Óxidos							
Dióxido de silício	SiO <sub>2</sub>	19,89	-	29,43	-		
Óxido de alumínio	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,43	-	9,52	-		
Óxido de cálcio	CaO	61,75	-	45,33	-		
Óxido de ferro	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,00	-	4,17	-		
Óxido de magnésio	MgO	2,37	≤ 6,50	2,08	-		
Óxido de cálcio livre	CaO	0,99	-	0,84	-		
Trióxido de enxofre	SO3	2,74	≤ 4,50	2,06	≤ 4,50		
		Eanta: ELIDNA	S (2020)				

Tabela 3: Características químicas dos cimentos

Fonte: FURNAS (2020).

A partir da análise da Tabela 3, verifica-se que os principais óxidos do cimento CP IV-32 RS são o CaO, SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. O teor de cinza volante presente neste cimento é de aproximadamente 25%, tendo como referência o percentual de resíduo insolúvel determinado. Destacam-se alguns importantes fatores que possuem influência no desenvolvimento da DEF, como a quantidade de SO<sub>3</sub> de 2,06%, relação SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 0,22 e (SO<sub>3</sub>)<sup>2</sup>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 0,45

No cimento CP V-ARI, os principais óxidos observados também foram o CaO e SiO<sub>2</sub>, além de apresentar teor de SO<sub>3</sub> de 2,74%, relação SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> igual a 0,62 e

(SO<sub>3</sub>)<sup>2</sup>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 1,69. Estando ambos os cimentos dentro das faixas aceitáveis pela literatura e norma NBR 16697 (ABNT, 2018)

Propriedades determinadasValores encontradosExigências NBR 16697:2018Valores encontradosExigências NBR 16697:2018Consistência normal (%) $30,1$ - $30,8$ -(%) $30,1$ - $30,8$ -Expansibilidade a quente (mm) $0,23$ $\leq 5,00$ $0,10$ $\leq 5,00$ Massa específica (g/cm³) $3,09$ - $2,83$ -Finura- $2,83$ Área específica - Blaine (cm²/g) $4,362$ $\geq 3000$ $4,305$ -Resíduo na peneira # $325, 45 mm (%)$ $0,07$ $\leq 6,00$ $0,12$ $\leq 8,00$ Residuo na peneira # $325, 45 mm (%)$ $0,026$ $0,82$ -1 Dia $23,6$ $\geq 14,0$ $14,2$ -3 Dias $38,6$ $\geq 24,0$ $26,6$ $\geq 10,0$ 7 Dias $44,8$ $\geq 34,0$ $33,2$ $\geq 20,0$ 28 Dias $53,2$ - $45,5$ $\geq 32,0$ Tempos de pega (min)Início $229$ $\geq 60$ $273$ $\geq 60$ Fim $274$ $\leq 600$ $326$ $\leq 720$		Cimento C	CP V-ARI	Cimento CP IV-32 RS		
Consistência normal (%) $30,1$ - $30,8$ -         Expansibilidade a quente (mm) $0,23$ $\leq 5,00$ $0,10$ $\leq 5,00$ Massa específica (g/cm³) $3,09$ - $2,83$ -         Finura       - $2,83$ -         Área específica - Blaine (cm²/g) $4,362$ $\geq 3000$ $4,305$ -         Residuo na peneira # 200, 75 mm (%) $0,07$ $\leq 6,00$ $0,12$ $\leq 8,00$ Residuo na peneira # 325, 45 mm (%) $0,026$ $0,82$ -         1 Dia       23,6 $\geq 14,0$ $14,2$ -         3 Dias       38,6 $\geq 24,0$ $26,6$ $\geq 10,0$ 7 Dias       44,8 $\geq 34,0$ $33,2$ $\geq 20,0$ 28 Dias       53,2       - $45,5$ $\geq 32,0$ Tempos de pega (min)       Início       229 $\geq 60$ $273$ $\geq 60$ Fim       274 $\leq 600$ $326$ $\leq 720$	Propriedades determinadas	Valores encontrados	Exigências NBR 16697:2018	Valores encontrados	Exigências NBR 16697:2018	
Expansibilidade a quente (mm)0,23≤ 5,000,10≤ 5,00Massa específica (g/cm³)3,09-2,83-FinuraÁrea específica - Blaine (cm²/g)4,362≥ 30004,305-Resíduo na peneira # 200, 75 mm (%)0,07≤ 6,000,12≤ 8,00Resíduo na peneira # 325, 45 mm (%)0,0260,8238,6Resistência à compressão (MPa)014,2-1 Dia 3 Dias23,6≥ 14,014,2-3 Dias38,6≥ 24,026,6≥ 10,07 Dias44,8≥ 34,033,2≥ 20,028 Dias53,2-45,5≥ 32,0Tempos de pega (min)Início 229≥ 60273≥ 60Fim274≤ 600326≤ 720	Consistência normal (%)	30,1	-	30,8	-	
Massa específica (g/cm³)3,09-2,83-FinuraÁrea específica - Blaine (cm²/g)4,362≥ 30004,305-Resíduo na peneira # 200, 75 mm (%)0,07≤ 6,000,12≤ 8,00Resíduo na peneira # 325, 45 mm (%)0,0260,82Resistência à compressão (MPa)114,2-1 Dia23,6≥ 14,014,2-3 Dias38,6≥ 24,026,6≥ 10,07 Dias44,8≥ 34,033,2≥ 20,028 Dias53,2-45,5≥ 32,0Tempos de pega (min)Início229≥ 60273≥ 60Fim274≤ 600326≤ 720	Expansibilidade a quente (mm)	0,23	≤ 5,00	0,10	≤ 5,00	
FinuraÁrea específica - Blaine (cm²/g) $4,362$ $\geq 3000$ $4,305$ -Resíduo na peneira # 200, 75 mm (%) $0,07$ $\leq 6,00$ $0,12$ $\leq 8,00$ Resíduo na peneira # 325, 45 mm (%) $0,026$ $0,82$ $0,82$ Resistência à compressão (MPa) $1$ $1$ $23,6$ $\geq 14,0$ $14,2$ 1 Dia23,6 $\geq 24,0$ 26,6 $\geq 10,0$ 7 Dias344,8 $\geq 34,0$ $33,2$ $\geq 20,0$ 28 Dias53,2- $45,5$ $\geq 32,0$ Tempos de pega (min)Início229 $\geq 60$ $273$ $\geq 60$ Fim $274$ $\leq 600$ $326$ $\leq 720$	Massa específica _(g/cm³)	3,09	-	2,83	-	
Área específica - Blaine (cm²/g)4,362≥ 30004,305-Resíduo na peneira # 200, 75 mm (%)0,07≤ 6,000,12≤ 8,00Resíduo na peneira # 325, 45 mm (%)0,0260,82Resistência à compressão (MPa)00001 Dia23,6≥ 14,014,2-3 Dias38,6≥ 24,026,6≥ 10,07 Dias44,8≥ 34,033,2≥ 20,028 Dias53,2-45,5≥ 32,0Início229≥ 60273≥ 60Fim274≤ 600326≤ 720	Finura					
Residuo na peneira # 200, 75 mm (%)0,07≤ 6,000,12≤ 8,00Residuo na peneira # 325, 45 mm (%)0,0260,820,82Resistência à compressão (MPa) $1$ Dia23,6≥ 14,014,2 $-$ 1 Dia23,6≥ 14,014,2 $-$ 3 Dias38,6≥ 24,026,6≥ 10,07 Dias44,8≥ 34,033,2≥ 20,028 Dias53,2 $-$ 45,5≥ 32,0Início229≥ 60273≥ 60Fim274≤ 600326≤ 720	Área específica - Blaine _(cm²/g)	4,362	≥ 3000	4,305	-	
Residuo na peneira # 325, 45 mm (%)0,0260,82Resistência à compressão (MPa)1 Dia23,6≥ 14,014,23 Dias38,6≥ 24,026,6≥ 10,07 Dias44,8≥ 34,033,2≥ 20,028 Dias53,2-45,5≥ 32,0Início229≥ 60273≥ 60Fim274≤ 600326≤ 720	Resíduo na peneira # _200, 75 mm (%)	0,07	≤ 6,00	0,12	≤ 8,00	
Resistência à compressão (MPa)1 Dia23,6 $\geq 14,0$ $14,2$ -3 Dias38,6 $\geq 24,0$ 26,6 $\geq 10,0$ 7 Dias44,8 $\geq 34,0$ 33,2 $\geq 20,0$ 28 Dias53,2-45,5 $\geq 32,0$ Tempos de pega (min)Início229 $\geq 60$ 273 $\geq 60$ Fim274 $\leq 600$ 326 $\leq 720$	Resíduo na peneira # 325, 45 mm (%)	0,026		0,82		
1 Dia23,6≥ 14,014,2-3 Dias38,6≥ 24,026,6≥ 10,07 Dias44,8≥ 34,033,2≥ 20,028 Dias53,2-45,5≥ 32,0Início229≥ 60273≥ 60Fim274≤ 600326≤ 720	Resistência à compress	ăo (MPa)				
3 Dias       38,6       ≥ 24,0       26,6       ≥ 10,0         7 Dias       44,8       ≥ 34,0       33,2       ≥ 20,0         28 Dias       53,2       -       45,5       ≥ 32,0         Tempos de pega (min)         Início       229       ≥ 60       273       ≥ 60         Fim       274       ≤ 600       326       ≤ 720	1 Dia	23,6	≥ 14,0	14,2	-	
7 Dias $44,8$ $\geq 34,0$ $33,2$ $\geq 20,0$ 28 Dias $53,2$ - $45,5$ $\geq 32,0$ Tempos de pega (min)Início $229$ $\geq 60$ $273$ $\geq 60$ Fim $274$ $\leq 600$ $326$ $\leq 720$	3 Dias	38,6	≥ 24,0	26,6	≥ 10,0	
28 Dias       53,2       -       45,5       ≥ 32,0         Tempos de pega (min)         Início       229       ≥ 60       273       ≥ 60         Fim       274       ≤ 600       326       ≤ 720	7 Dias	44,8	≥ 34,0	33,2	≥ 20,0	
Tempos de pega (min)Início229 $\geq 60$ 273 $\geq 60$ Fim274 $\leq 600$ 326 $\leq 720$	28 Dias	53,2	-	45,5	≥ 32,0	
Início         229         ≥ 60         273         ≥ 60           Fim         274         ≤ 600         326         ≤ 720	Tempos de pega (min)					
Fim         274         ≤ 600         326         ≤ 720	Início	229	≥ 60	273	≥ 60	
	Fim	274	≤ 600	326	≤ 720	

Tabela 4: Características físicas e mecânicas dos cimentos.

Fonte: FURNAS (2020).

Nas propriedades mecânicas observadas na Tabela 4, destaca-se a elevada finura do cimento CP IV-32 RS, atingindo valores próximos aos encontrados para o CP V-ARI que usualmente apresenta uma área especifica maior devido ao grau de moagem que é submetido durante sua produção.

# 3.1.2. Agregados

Os agregados empregados neste estudo foram obtidos através de britagem e cominuição de rocha granítica. A dimensão máxima dos agregados graúdo e miúdo é de 19 mm e 4,8 mm, respectivamente. As propriedades físicas dos agregados graúdo e miúdo empregados são apresentadas na Tabela 5 e suas curvas granulométricas nos Apêndices A e B.

Tabela 5. Propriedades risicas dos agregados.					
Drenziedadas daterminadas	Valores encontrados				
Propriedades determinadas	Agregado Miúdo	Agregado Graúdo			
Composição granulométrica					

Tabela 5: Propriedades físicas dos agregados.

Módulo de finura	2,65	6,81
Dimensão máxima característica (mm)	4,75	19
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )		•
Aparente do agregado seco	2,61	2,67
Saturado com superfície seca	2,62	2,65
Massa específica	2,63	2,63
Absorção (%)	0,2	0,6

Fonte: FURNAS (2020).

A fim de estudar apenas os efeitos da DEF no concreto, foi investigado o potencial álcali-reativo dos agregados, através do ensaio acelerado das barras de argamassa (NBR 15577-4:2018), tendo sido classificado como potencialmente inócua a rocha empregada para produção dos agregados graúdo e miúdo do estudo (expansões inferiores a 0,19% na idade de 30 dias).

# 3.1.3. Aditivo

Para a confecção dos concretos foi utilizado aditivo polifuncional a base de lignossulfonato e policarboxilato. Este é um aditivo líquido para concreto, livre de cloretos e pronto para uso; composto por substâncias que atuam como dispersantes do material aglomerante e, dessa maneira, propicia elevada redução da água necessária na mistura, sem provocar alteração do tempo de pega do concreto. Além de atender os requisitos da NBR 11768 (Tipo P) (ABNT, 2019) e ASTM C-494 (Tipo A) (ASTM, 2020).

As propriedades do aditivo foram determinadas através dos ensaios propostos pela NBR 10908 (ABNT, 2008) e são verificadas na Tabela 6.

Propriedades determinadas	Norma de ensaio	Resultados	
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )		1,187	
рН	NBR 10908 (ABNT, 2008)	5,41	
Teor de sólidos (%)		43,97	

Tabela 6: Propriedades físicas do aditivo

Fonte: FURNAS (2020).

3.1.4. Água

Foi empregada água potável, proveniente da rede de abastecimento de água da cidade de Passo Fundo.

#### 3.2. Métodos

O programa experimental desse trabalho foi dividido em duas etapas, sendo que a primeira envolveu um procedimento de cura térmica e exposição dos corpos de prova de concreto e, após, foram mantidos constantemente submersos em água. Na sequência, e em idades pré-estabelecidas, os CPs foram retirados do ambiente de exposição e submetidos a ensaios laboratoriais, como será detalhado nos itens subsequentes.

Na primeira etapa, o estudo foi elaborado a partir da revisão de literatura, com base no método de ensaio nº 66, apresentado pelo LCPC da França (Laboratório Central de Estradas e Pontes) – Reatividade de um concreto a reação de sulfato interna, para atingir os objetivos propostos de avaliar a formação e os efeitos da etringita tardia. Para tanto, CPs de concreto foram produzidos e submetidos aos procedimentos preconizados pelo LCPC (2007), sendo utilizado como tratamento térmico inicial, a cura térmica por meio dos protocolos contidos na instrução técnica apresentada por Hasparyk; Schovanz e Kuperman (2020), seguido de ciclos de secagem e molhagem, conforme prescritos no método de ensaio n°66 do LCPC (2007). Por fim, os mesmos permaneceram submersos em água ( $20 \pm 2^{\circ}$ C) durante todo o período de estudo, até um ano, conforme é apresentado no fluxograma da Figura 18.



Fonte: Próprio autor (2021).

3.2.1. Produção dos concretos

A produção dos concretos foi realizada conforme orientações previstas na NBR 5738 (ABNT, 2016).

Foram produzidas duas misturas, utilizando dois cimentos diferentes, um que apresenta elevado calor de hidratação, tipo CP V-ARI, e outro com adição pozolânica e que teoricamente apresenta resistência ao ataque de sulfatos, o CP IV-32 RS.

Para cada mistura foram confeccionados 60 corpos de prova cilíndricos de 10 cm x 20 cm, conforme recomendações prescritas na NBR 5738 (ABNT, 2016), além de cinco corpos de prova prismáticos, de 7,5 cm x 7,5 cm x 28,5 cm, moldados nas conformidades da mesma norma. O traço adotado foi de 1:1,6:1,9 (cimento:areia:brita), e relação a/c de 0,46, utilizando como base Schovanz (2019). O abatimento dos concretos foi de 120  $\pm$  10 verificado por meio do teste de abatimento (*Slump Test*).

A moldagem dos CPs cilíndricos de concreto foi realizada seguindo os métodos prescritos na NBR 5738 (ABNT, 2015). Na sequência esses corpos de prova permaneceram em ambiente de laboratório por seis horas até serem levados ao tratamento térmico.

# 3.2.2. Tratamento térmico

O processo de tratamento térmico dos corpos de prova foi dividido em quatro etapas (Figura 19), de acordo com a metodologia desenvolvida por Hasparyk *et al.* (2020) na instrução técnica de FURNAS, sendo elas:

- Período de cura inicial: durante esta fase, a temperatura é mantida constante, e por um período de seis horas. Nesta etapa, os corpos de prova ficam cobertos por filme plástico para posteriormente serem imersos em água, quando ocorrerá o início do aquecimento;
- Período de aquecimento: nesta etapa os corpos de prova são submersos em água, e inicia-se a elevação de temperatura a uma taxa de 10°C/h até atingimento da temperatura máxima desejada, de 85°C;
- Período isotérmico: nesta fase a temperatura de 85°C é mantida constante pelo período de doze horas;

4. Período de resfriamento: durante esta fase a temperatura diminui gradualmente até atingir 20°C (± 2°C), a uma taxa de resfriamento de 10°C/h.



Após o final do processo de cura térmica, os CPs foram retirados do tanque com água, desmoldados e pesados. Em seguida, deu-se início aos ciclos de secagem e umidificação, de acordo com a metodologia estabelecida pelo LCPC (2007). O tempo entre o final do tratamento térmico e o início da secagem não excedeu uma hora, conforme recomendado na metodologia.

3.2.3. Ciclos de secagem e umidificação

Os ciclos de secagem e umidificação dos concretos foram realizados em conformidade com o método proposto pelo LCPC (2007).

As amostras de concreto, já desmoldadas e em temperatura de  $20 \pm 2^{\circ}$ C, foram colocadas em câmara climática a 38°C e UR <30% para iniciar a fase de secagem e, posteriormente, de umidificação.

Os ciclos adotados foram de 14 dias, compostos por duas fases, secagem por sete dias em câmara climática a  $38 \pm 2^{\circ}$ C e UR <30% e imersão em água por sete dias, a  $20 \pm 2^{\circ}$ C. Todas as amostras passaram por dois ciclos, totalizando um período de 28 dias, conforme Figura 20.



Fonte: Próprio autor (2021).

Logo após o final do segundo ciclo, os CPs foram armazenados em tanque de água com temperatura de  $20 \pm 2^{\circ}$ C, onde permaneceram até as idades de ensaio.

# 3.2.4. Imersão das amostras

Os corpos de prova de concreto utilizados neste estudo, permaneceram imersos em tanque de água à temperatura de  $20 \pm 2^{\circ}$ C durante todo o período de estudo.

Para minimizar a lixiviação do concreto, a solução de imersão das amostras não foi renovada durante o estudo. O nível da água foi verificado regularmente e ajustado, somente quando necessário, também foi realizado o acompanhamento e registro do pH da água de imersão.

# 3.3. Ensaios e investigações

#### 3.3.1. Expansibilidade e variação de massa

As medidas da expansão e variação de massa dos corpos de prova tiveram início imediatamente após os ciclos de secagem e umidificação. A primeira medida foi realizada no último dia da fase de umidificação do segundo ciclo, constituindo o ponto zero do teste (leitura de referência).

O ensaio de expansão precede o estudo de variação de massa, ou seja, os corpos de prova prismáticos de concreto eram retirados do tanque em que se

encontravam e imediatamente medidos e pesados; essa avaliação foi realizada medindo a variação dos comprimentos dos CPs prismáticos de concreto com precisão de 0,001 mm e os resultados são expressos em (%) m / m em comparação com a medida do primeiro dia. O cálculo da expansão foi feito conforme os protocolos do LCPC (2007), para cada prisma de concreto, individualmente, sendo ao final calculada a média das expansões.

As expansões das amostras foram avaliadas periodicamente, até completar o período de ensaio de um ano. Durante os dois primeiros meses, as medições foram realizadas a cada sete dias e, em seguida, a cada duas semanas durante quatro meses e, após, a cada 28 dias, conforme prescrito na metodologia do LCPC (2007).

O monitoramento da variação de massa evidenciou as diferenças entre a massa do corpo de prova em relação à massa inicial, relativa à idade de 28 dias, ou seja, logo após o fim dos ciclos, considerado o tempo zero neste estudo. Imediatamente e individualmente, após a leitura de comprimento de cada prisma, os corpos de prova foram pesados em balança digital com precisão de 0,001 g. A variação de massa é o resultado da divisão da diferença entre a massa medida na idade ensaiada e a determinada na idade de referência, pela massa medida na idade de referência, expresso em porcentagem.

#### 3.3.2. Determinação da resistência à compressão

A resistência à compressão dos concretos foi obtida por meio de ensaios em corpo de prova cilíndricos de 10 cm x 20 cm. O ensaio foi realizado de acordo com as exigências da norma NBR 5739 (ABNT, 2018). O equipamento utilizado para os ensaios mecânicos foi uma prensa PC 200C, da marca EMIC, com capacidade de 2000 kN e precisão de aproximadamente 1% da carga aplicada. Os CPs foram retirados do tanque em que se encontravam, pesados e ensaiados. Esse processo ocorreu nas idades de 28 dias, 56 dias, 112 dias, 180 dias, 270 dias, e 365 dias.

#### 3.3.3. Resistência à tração

A resistência à tração foi obtida através do ensaio de tração por compressão diametral, conforme NBR 7222 (ABNT, 2011); foram ensaiados três corpos de prova

cilíndricos por mistura. As idades de ensaio, assim como o equipamento (prensa) utilizado foram os mesmos descritos para o ensaio de compressão.

## 3.3.4. Módulo de elasticidade estático

O ensaio de módulo de elasticidade, ou módulo de deformação tangente inicial do concreto, foi realizado em três corpos de prova cilíndricos de cada mistura, nas mesmas idades dos ensaios de resistência à compressão e à tração, portanto, em seis idades. O módulo de elasticidade estático é a relação entre a tensão aplicada e deformação instantânea dentro de um limite proporcional adotado (MEHTA; MONTEIRO, 2014). O ensaio foi realizado de acordo com o item 7.3.1 da NBR 8522 (ABNT, 2017) utilizando a metodologia da tensão fixa (método A) para o cálculo do módulo tangente inicial (Eci), onde o módulo de elasticidade é determinado a partir de uma deformação secante a uma tensão aplicada com 30% da resistência à compressão, empregando-se velocidade de carregamento igual a 0,45 MPa/s, fazendo-se uso de extensômetro elétrico do tipo LVDT, com 100 mm de comprimento de base.

## 3.3.5. Teste de dano de rigidez (Stiffness Damage Test – SDT)

O ensaio de teste de dano de rigidez (*Stiffness Damage Test* – SDT) foi realizado em três corpos de prova de concreto cilíndricos 100 mm x 200 mm nas idades de 28, 180, 270 e 365 dias. O procedimento adotado para a análise dos resultados obtidos pelo ensaio foi através do índice de dano de rigidez (*Stiffness Damage Index* – SDI) e índice de deformação plástica do concreto (*Plastic Deformation Index* – PDI) baseados no método publicado por Hasparyk e Sanchez (2021), também adotado por Martin *et al.* (2017) e Giannini *et al.* (2018), Sanchez *et al.* (2018; 2020) e Mohammadi *et al.* (2020).

São realizados cinco ciclos de carregamentos nos corpos de prova de concreto, esse carregamento cíclico será controlado em 0,1 MPa/s. Os pesquisadores anteriormente citados recomendam a aplicação de 40% da resistência à compressão do concreto. Desse modo, é possível obter o Índice de Dano de Rigidez (SDI) e Índice de Deformação Plástica (PDI), que representam, respectivamente, a razão de energia dissipada ou deformação plástica (SI ou DI, respectivamente) à energia total ou

deformação induzida no concreto (SI + SII ou DI + DII, respectivamente). ao longo dos cinco ciclos de ensaio, conforme Figura 21.



Figura 21: Determinação do Índice de Dano de Rigidez (SDI) e Índice de Deformação Plástica (PDI) com base na saída do Teste de Dano de Rigidez (SDT).

3.3.6. Inspeções visuais

Foram realizadas inspeções visuais e registro fotográfico em todos os corpos de prova prismáticos ao longo do tempo. Esses registros tiveram a mesma periodicidade que as medidas de expansão e variação de massa, pois trata-se de uma análise complementar das características físicas dos concretos estudados. Temse conhecimento que a ocorrência do fenômeno da DEF pode ocasionar fissuração no concreto e precipitação de material branco superficial (SCHOVANZ, 2019; BRONHOLO, 2020), de modo que a inspeção visual permite verificar e acompanhar a ocorrência destas, com registro fotográfico. Dessa maneira foi desenvolvida uma tabela para acompanhar os efeitos visíveis a olho nu do avanço da DEF nos elementos estudados.

# 3.3.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raio X (EDS)

Análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV), associada à espectroscopia por dispersão de raios X (EDS), são fundamentais para a investigação microestrutural e o diagnóstico correto de patologias, em especial, aquelas decorrentes de reações químicas expansivas, como o ESA, ISA e RAA.

As amostras definidas para essas análises foram retiradas dos CPs logo após a realização dos ensaios de resistência à compressão e módulo de elasticidade de todas em misturas, e nas idades pré-estabelecidas de 180 e 365 dias. Para isso, foram coletados fragmentos da parte central dos corpos de prova de concreto, bem como da sua superfície (Figura 22). As investigações por microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia raio X (EDS) foram realizadas pelo laboratório de Furnas Centrais Elétricas S.A., localizada em Aparecida de Goiânia (GO).

Figura 22: Ilustração dos fragmentos extraídos para análises por MEV/EDS.



Fonte: Próprio autor (2021).

Para realizar as análises microestruturais foi utilizado microscópio eletrônico de varredura (MEV - Tescan, modelo VEGA3), fazendo-se a observação de imagens por meio de detector de elétrons secundários (SE) em amostras com superfície de fratura obtidas a partir da fragmentação de CPs de concretos, após ensaio SDT. As amostras receberam um recobrimento, sendo metalizadas com um alvo de ouro para se tornarem condutoras, em aparelho Quorum, modelo Q150R ES. As microanálises (análises químicas elementares) das fases foram feitas por meio de um detector duplo de EDS, marca Oxford, em sistema AZtec.

3.3.8. Análises termogravimétricas - TGA e DTG

Para a análise termogravimétrica (TGA) foram extraídos fragmentos das argamassas dos concretos nas idades de 28, 180 e 360 dias. Essas amostras foram trituradas e peneiradas de modo que o material resultante fosse passante pela peneira #200 (75 µm) para posteriormente ser realizado o ensaio.

A análise termogravimétrica (TGA) é uma técnica na qual a massa de uma substância é monitorada em função do aumento da temperatura ou do tempo, conforme a amostra é submetida a um programa de temperatura controlada em um ambiente controlado, já a termogravimetria derivada (DTG) fornece o resultado da derivada primeira da curva termogravimétrica, obtida no ensaio de TGA, e representa a taxa de variação de massa em função da temperatura. Com base nos dados da TGA e da DTG que é possível realizar a quantificação das fases do cimento, devido à decomposição específica de alguns compostos em determinadas temperaturas (SCRIVENER *et al.*, 2004 COLLIER, 2016; LEKEM, 2019).

O ensaio de TGA foi conduzido conforme procedimento do LPOL - PE 013 rev. 03, baseado na norma ASTM E1131-14, para caracterizar as variações mássicas da amostra através do aumento controlado da temperatura. O equipamento utilizado foi o analisador termogravimétrico Shimadzu TGA 50 e o ensaio foi realizado utilizando taxa de aquecimento de 10°C.min -1, atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL.min- até 910°C. As incertezas de medição em relação à massa são de 0,01 mg e a incerteza em relação a temperatura é de 5,04°C. Utilizando carta controle das massas padrões e do oxalato de cálcio (CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O) como material de referência.

## 3.3.9. DRI (Damage Rating Index)

O ensaio de DRI (*Damage Rating Index*) foi realizado em corpos de prova de concreto cilíndricos de 100 mm x 200 mm, que foram rompidos à tração por compressão diametral, conforme a NBR 7222 (ABNT, 2011) e, após polimento de suas superfícies, foram submetidos à análise DRI.

O DRI é realizado com o uso de uma lupa estereoscópica com aumento de 15 a 16 vezes, onde as características de dano associadas a um determinado mecanismo são contadas em uma grade de 1 cm<sup>2</sup>, desenhada na superfície de seções de concreto semi-polida (Figura 23). O número de contagens correspondente a cada tipo de característica petrográfica é multiplicado por fatores de ponderação, que objetivam equilibrar a importância relativa ao mecanismo considerado. Estes fatores de ponderação foram aprimorados ao longo dos anos, sendo a abordagem proposta por Villeneuve (2011) (Tabela 7) testada e aceita por pesquisadores como Sanchez *et al.* (2015), Martin *et al.* (2017) e Souza *et al.* (2019) e Sanchez *et al.* (2020).

Características petrográficas	Abreviação	Fator
Fissuras fechadas/apertadas na partícula de agregado graúdo	FFA	0,25
Fendas abertas ou rede de fissuras na partícula de agregado graúdo	FAA	2,0
Fissuras abertas ou trincas de rede com produto de reação em partícula de agregado graúdo	FAAP	2,0
Agregado graúdo descolado	AD	3,0
Partícula agregada desagregada/corroída	PAD	2,0
Fissuras na pasta de cimento	FPC	3,0
Fissuras com produto de reação na pasta de cimento	FPPC	3,0

Tabela 7: Características de danos e respectivos fatores de ponderação.

Fonte: Traduzido de Sanchez et al. (2020).

Figura 23: Corpo de prova com malha quadriculada para ensaio de DRI.



Fonte: Próprio autor (2021).

O ensaio de DRI, idealmente deveria analisar uma superfície de pelo menos 200 cm<sup>2</sup>, podendo ser maior no caso de concreto maciço. No entanto, para fins comparativos, o número DRI final é normalizado para uma área de 100 cm<sup>2</sup> (VILLENEUVE *et al.,* 2012; SANCHEZ *et al.,* 2020).

# 3.4. Análise estatística dos resultados

Técnicas estatísticas foram aplicadas de forma a identificar e avaliar a influência das variáveis obtidas neste estudo. Para as propriedades mecânicas e ensaios de expansão e variação de massa, foi empregado a análise de variância ANOVA, para um intervalo de confiança de 95%, que reflete um nível de significância de 5%, ou seja, os valores de "F calculados" (Fcal) foram comparados com os valores de "F tabelados" (Ftab) igual a  $\alpha$  = 0,05.

Para verificar a probabilidade de ocorrência de dados, também foi avaliado o parâmetro "p" auxiliando na tomada de decisões sobre uma ou mais populações, baseado na informação obtida da amostra. Permitindo verificar se os dados amostrais trazem evidências que apoiem ou não a hipótese estatística formulada.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, são apresentados os resultados e as respectivas discussões obtidos a partir do programa experimental proposto para atingir os objetivos geral e específicos desta pesquisa.

#### 4.1. Expansão dos prismas de concreto

De acordo com a expansão média apresentada pelos prismas de concreto, foi possível verificar que já aos 140 dias os concretos moldados utilizando o cimento CP V-ARI ultrapassaram o limite de 0,04% de expansão média permitido pelo método nº 66 do LCPC. Verificou-se que nesta mesma data o valor de 0,06% para a expansão individual foi atingido. Ao final do período de estudo de um ano, os prismas confeccionados com o CP V atingiram expansão média de 0,09%.

Os prismas de concreto moldados com o cimento CP IV-32 RS apresentaram expansões 30% inferiores às observadas nos prismas do cimento CP V-ARI para o período analisado (1 ano), apesar de exibir crescimento mais lento da expansão. Com 308 dias de ensaio o concreto também superou o valor limite estabelecido de 0,04%, atingindo expansão média de 0,06% após 365 dias. As curvas das expansões ao longo do período de um ano de ensaio são apresentadas na Figura 24, com seus respectivos desvios padrão, por idade.



Fonte: Próprio autor (2021).

Os concretos confeccionados com CP IV-32 RS, apesar de apresentarem um crescimento mais lento das expansões em comparação àqueles com o CP V, aos 280 dias mudaram o seu comportamento expansivo, com maiores taxas de expansão; ainda, com 308 dias de ensaio, também superaram o valor limite, e com um ano de ensaio apresentaram expansão média de 0,06%.

Objetivando avaliar estatisticamente as diferenças observadas ao longo do tempo para as expansões, foi realizada a análise de variâncias ANOVA (Tabela 8). A partir dos resultados, verificou-se que o tipo de cimento utilizado e o tempo (idade) apresentam influência, sendo significativas as diferenças avaliadas para a expansão dos corpos de prova de concreto.

	l'abela 8: Analise de Variancia das expansoes.					
	SQ	GL	MQ	F	valor-P	F crítico
Cimento	0,02262	1	0,02262	429,89843	1,02E-51	3,88837
Idade	0,11236	24	0,00468	88,98135	3,28E-93	1,57196
Interações	0,00644	24	0,00027	5,09863	2,5E-11	1,57196
Erro	0,01052	200	5,26E-05			
Total	0,15195	249				
SQ: som	SQ: soma dos quadrados; GL: graus de liberdade, MQ: Média dos quadrados, F: Fisher-Snedecor					

Fonte: Próprio autor (2021).

Segundo Brunetaud (2005) e Pichelin et al (2020), a curva de expansão de concretos afetados por DEF pode ser definida, de uma maneira global, como uma sigmóide dividida em quatro etapas (Figura 4). Sendo o período latente caracterizado por expansões de até 0,1%, que antecedem o aumento substancial das expansões no período considerado de aceleração da deterioração. Na fase latente a DEF se encontra precipitando nos espaços da microestrutura do elemento de concreto, e por isso apresenta pouca atividade aparente e expansão lenta e linear. A expansão neste período é lenta, e quando a resistência à tração interna do concreto é atingida devido à pressão gerada pela formação da DEF, começam a aparecer as fissuras, que serão preenchidas por novos cristais de etringita, levando a uma maior propagação das fissuras e iniciando o período de aceleração da deterioração.

A variação dimensional é uma das principais evidências de processos expansivos, e este fenômeno pode ocorrer de maneira acelerada, ou lenta, em função dos materiais utilizados, tratamento térmico e ambiente de exposição dos corpos de prova. Malbois *et al.* (2019) verificaram, para misturas de concreto utilizando cimento CEM II com 6% de adição pozolânica, expansões da ordem 0,06% próximo aos 300 dias, e expansão máxima de 0,23% após mais de 800 dias de ensaio, quando a curva apresentou sinais de estar na fase de estabilização, sendo considerado finalizado o período de aceleração da deterioração. Melo (2010), ao estudar concretos moldados com cimento CP IV, também obteve expansões pouco expressivas, inferiores a 0,01% até os 270 dias, apesar de verificar a presença de etringita por meio de microscopia. Al Shamaa *et al.* (2014) observaram expansões de 0,11% após 450 dias em concretos termicamente curados e afetados por DEF.

Entretanto, há diversos casos de estudos que apresentaram níveis de expansão de maior magnitude. Martin *et al.* (2017) verificaram expansões de até 1,3%, valores semelhantes aos encontrados por Giannini *et al.* (2018), que evidenciaram expansões superiores a 1%. Sanchez *et al.* (2018) também observaram expansões de mesma ordem para concretos afetados por DEF e DEF+RAA. Schovanz *et al.* (2021), utilizando prismas de concreto moldados com cimento CP V-ARI, semelhante ao utilizado nesta pesquisa, apresentaram expansões superiores a 1% na idade de 270 dias. Há que se levar em conta que os estudos que apresentaram expansões mais expressivas empregaram metodologia diferente para a avaliação da DEF em laboratório. Dessa maneira, considerando que a formação de etringita foi comprovada através de análises da microestrutura dos concretos, acredita-se que em idades mais avançadas os concretos dessa pesquisa, com ambos os cimentos, venham a apresentar maior aumento das expansões em função da formação gradativa de etringita tardia ao longo do tempo.

#### 4.2. Variação de massa

A variação de massa dos corpos de prova prismáticos foi medida nos mesmos períodos em que se realizou a verificação da expansão. O aumento da massa dos prismas de concreto inicialmente apresentou crescimento semelhante para as duas misturas até os 49 dias, devido à absorção inicial da água. Após, os concretos moldados com cimento CP V-ARI passaram a exibir maiores variações ao longo do tempo. Com 84 dias o aumento observado já era de 0,6%, sendo o dobro da variação encontrada para o CP IV-32 RS.

Ao longo do tempo houve uma pequena redução na taxa de crescimento da variação de massa para os concretos com o CP V-ARI, mas a curva permaneceu crescente durante todo o período de ensaio atingindo valores da ordem de 1,50% de acréscimo na massa média aos 365 dias. Nos concretos com o CP IV-RS 32, verificou-se um aumento inicial na massa de 0,3% até a idade de 84 dias, após houve uma leve redução na taxa de crescimento de massa, mas também se manteve crescente ao longo de todo o período analisado, chegando a 0,63% de aumento com um ano de ensaio. As curvas de variação de massa ao longo do período de ensaio são apresentadas na Figura 25.



Figura 25: Variação de massa dos prismas de concreto ao longo do tempo.

Fonte: Próprio autor (2021).

A análise de variância para a variação de massa dos concretos é apresentada na Tabela 9. Foi verificado que as variáveis independentes, idade e cimento apresentam significância na análise desta propriedade.

	SQ	GL	MQ	F	valor-P	F crítico
Cimento	15,20206	1	15,20206	6102,39184	8,1E-152	3,88837
Idade	22,24451	24	0,92685	372,05673	4,3E-152	1,57196
Interações	6,96485	24	0,29020	116,49250	6,3E-104	1,57196
Erro	0,49823	200	0,00249			
Total	44,90965	249				
SQ: soma dos quadrados; GL: graus de liberdade, MQ: Média dos quadrados, F: Fisher-Snedecor						

Tabela 9: Análise de variância para variação de massa

Fonte: Próprio autor (2021).

A elevada variação de massa dos elementos em idades avançadas, segundo Zhang *et al.* (2017), Sanchez *et al.* (2018) e Schovanz *et al.* (2021), pode ser indicativa de manifestações provenientes da DEF, entretanto, a variação inicial pode estar relacionada apenas à absorção de água, devido às condições de estocagem dos CPs. Os estudos de Melo (2010) apresentaram variação de massa na ordem de 1,2% com 270 dias, mesmo sem apresentar expansão elevada (<0,01%), nem ocasionar redução na capacidade mecânica do concreto, na presença de um CP IV. Este resultado é semelhante ao encontrado nesta pesquisa, mas para os elementos moldados com o CP V-ARI, que exibiram ganho de massa de 1,3% no mesmo período, entretanto já apresentavam expansão e sinais de redução das resistências. A magnitude da variação de massa da mistura utilizando o cimento CP IV-32 RS se mostrou compatível com o estudo de Schovanz (2019), que apresentou variação de 0,52% com 250 dias de ensaio.

Este comportamento, de ganho de massa em função do crescimento dos produtos de reação da DEF, é corroborado por Bronholo (2020), que verificou que o ganho de massa tende a se estabilizar quando os níveis de expansão são baixos. Entretanto, para compósitos acometidos por DEF, existe um ganho de massa com equivalência às expansões, devido à formação de produtos internos.

#### 4.3. Resistência à compressão

Os resultados de resistência à compressão axial mostram crescimento entre a idade inicial avaliada de 1 mês e a idade de 6 meses. Porém, a partir de 6 meses existe uma tendência de redução até 1 ano, conforme pode ser observado na Figura 26. O crescimento observado pode ser atribuído, em parte, ao início do preenchimento dos vazios pelas neoformações da etringita, conforme foi observado na microestrutura (item 4.9). Por esse motivo, análises por períodos individuais se

fazem necessárias. Pois, como base em uma análise geral, comparando-se as primeiras idades avaliadas e 1 ano, os concretos não mostram patamares menores de resistência mecânica, observando-se valores semelhantes com os dois tipos de cimento.

Embora a resistência à compressão seja um parâmetro importante na avaliação da capacidade de carga de uma estrutura, conforme discutido por Martin et al. (2017) e Pichelin et al. (2020), esta pode se apresentar menos sensível para a investigação do progresso de DEF no concreto, principalmente durante a fase latente da expansão.



Fonte: Próprio autor (2021).

A partir da análise da variância (Tabela 10) dos resultados obtidos no ensaio de resistência à compressão, é possível verificar que a variável idade apresentou significância, entretanto, para a diferença entre os tipos de cimento utilizados na confecção dos concretos, não há evidências significativas neste período. Conforme comentado anteriormente, ao longo do tempo essa propriedade mostra comportamento diferenciado em função do desenvolvimento da DEF.

	l'abela 10: Analise de Variancia da resistencia a compressão.					
	SQ	GL	MQ	F	valor-P	F crítico
Cimento	14,32268	1	14,32268	2,75523	0,105624	4,11317
Idade	738,03059	5	147,60612	28,39479	1,48E-11	2,47717
Interações	35,58668	5	7,11734	1,36915	0,258816	2,47717
Erro	187,14065	36	5,19835			
Total	975,08059	47				
SQ: soma dos quadrados; GL: graus de liberdade, MQ: Média dos quadrados, F: Fisher-Snedecor						
Fonte: Próprio autor (2021).						

A não observância de reduções na propriedade resistência à compressão do concreto afetado por DEF ainda no período latente, ou seja, com expansões inferiores a 0,10%, pode ser explicada devido à etringita formar-se e estar presente principalmente nos interstícios da matriz cimentícia, que normalmente resiste à força compressiva. Entretanto, quando a expansão atinge valores mais elevados, da ordem de 0,25%, o elemento tende a apresentar redução em sua resistência, como foi observado nos estudos de Sanchez *et al.* (2017), Giannini *et al.* (2018), Pichelin *et al.* (2020) e Schovanz *et al.* (2021). Segundo Melo (2010) e Leklou *et al.* (2017), a resistência à compressão não costuma apresentar queda pela DEF, principalmente em baixos níveis de expansão, apresentando interferências negativas apenas após fissuração intensa e elevadas expansões, fato que corrobora com os resultados encontrados nesta pesquisa.

Estudos que apresentaram níveis de expansão já elevados ocasionados pela DEF demonstram que este mecanismo pode afetar de maneira expressiva a resistência mecânica dos concretos. Sanchez *et al.* (2018) verificaram para expansões da ordem de 0,5% queda na resistência a compressão em 40 a 50%, semelhante ao encontrado por Giannini *et al.* (2018), que verificaram uma redução de 41% nesta propriedade com expansão de aproximadamente 1%.

Nos estudos de Schovanz (2019) foi observada, para um concreto com cimento CP V-ARI e expansão próxima a 1%, uma queda expressiva e superior a 60%; já no caso dos concretos moldados com o CP IV, foi observado aumento da resistência à compressão em 7% até expansões da ordem de 0,06%. Porém, com o crescimento das expansões, chegando a 0,20%, esta propriedade já apresentou redução de 5% em relação à idade inicial do ensaio.

Para Pichelin *et al.* (2020), a resistência à compressão começa a sofrer sinais de queda entre expansões de 0,17% e 0,25%, durante a fase de aceleração da deterioração; neste período a resistência à compressão pode apresentar elevada redução, chegando a 30% e, em seguida, estabilizando ao final do período de aceleração. Este comportamento também foi observado por Bronholo (2020), visto que em seu estudo concretos moldados com CP IV apresentaram baixas expansões, da ordem de 0,02%, e não resultaram em queda de resistência, ao contrário, um aumento de 10% no período analisado. Já no caso dos concretos moldados com o CP V-ARI, com expansões de 0,37% aos 365 dias, houve queda de 17% na

resistência à compressão, valores semelhantes aos encontrados por Al Shamaa *et al.* (2014), para expansões de 0,20%, com decréscimo de 23% nesta propriedade.

## 4.4. Resistência à tração

Os resultados do ensaio de resistência à tração, obtidos por compressão diametral, conforme Figura 27, apresentaram comportamento semelhante aos da resistência à compressão axial até a idade de 6 meses, com crescimento a partir da idade inicial avaliada para ambos os cimentos empregados. Porém, a partir desse momento, a resistência dos concretos com o CP V-ARI apresentou reduções, chegando a 21% ao final do período analisado, de 365 dias, quando comparada com a resistência máxima atingida, na idade de 6 meses.



Figura 27: Resistência à tração por compressão diametral ao longo do tempo.

Foi possível observar que os concretos moldados com o CP IV-32 RS apresentaram maiores valores de resistência à tração comparativamente ao CP V-ARI em todas as idades de ensaio, e não sofreram redução ao longo dos 12 meses. Este comportamento de aumento da resistência nas idades avançadas, apresentado pelos concretos com CP IV não era esperado. Visto que os efeitos deletérios da DEF já foram evidenciados nas outras propriedades mecânicas ensaiadas, assim como o avanço da DEF também foi observado nas análises microestruturais nas idades estudadas. Vale destacar as maiores dispersões dos resultados observadas para ambos os cimentos testados, mas em especial para o CP IV na idade de 9 meses.

Fonte: Próprio autor (2021).

Por meio da análise de variância (Tabela 11) é possível verificar que o tipo do cimento adotado é significativo, mas neste caso, a variável idade não apresentou evidências significativas para a resistência à tração.

	Tabela 11: Análise de variância da resistência à tração.						
		SQ	GL	MQ	F	valor-P	F crítico
Cimer	nto	4,68373	1	4,68373	31,86596	8,21E-06	4,25968
Idade		1,33405	5	0,26681	1,81525	0,147868	2,62065
Intera	ıções	1,65281	5	0,33056	2,24900	0,082105	2,62065
Erro		3,52757	24	0,14698			
Total		11,19815	35				
SQ: soma dos quadrados; GL: graus de liberdade, MQ: Média dos quadrados, F: Fisher-Snedecor							

Fonte: Próprio autor (2021).

Para concretos moldados com o cimento CP IV, pesquisadores como Schovanz (2019) e Bronholo (2020) verificaram reduções de 17% e 13%, respectivamente, com expansões de 0,18% e 0,02%. Já nas misturas utilizando CP V-ARI e com maiores níveis de expansão, 0,37% e 1,10%, as quedas chegaram a 59% e 16%, respectivamente, para a resistência à tração dos concretos.

A resistência à tração é um parâmetro que não é muito usado durante o projeto de estruturas de concreto armado, e geralmente é assumido com base na resistência à compressão (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Os valores podem variar, mas em geral se enquadram entre 7 e 11%, dependendo da faixa de resistência do concreto. Desse modo, o gráfico da Figura 28 foi desenvolvido, a fim de verificar esta correlação.



Fonte: Próprio autor (2021).

A relação entre a resistência à compressão e à tração evidencia que os resultados obtidos estão situados entre as faixas de 5% e 10%, para ambos os
concretos, destacando-se comportamento linear para o cimento CP IV, estando próximo a 10%, em todas as idades analisadas. Por outro lado, com o CP V os dados apresentaram uma maior dispersão, variando entre 6% e 10%. Esta relação também foi observada nos estudos de Schovanz (2019) e Bronholo (2020).

Quando comparado com outros ensaios, a resistência à tração é um parâmetro considerado mais sensível à DEF, sendo mais influenciado por mecanismos expansivos internos do que a resistência à compressão para mesmos níveis de expansão, entre baixo e moderado, fornecendo importantes parâmetros para relacionar e compreender o desenvolvimento destes fenômenos (SANCHEZ *et al.*, 2018; THIEBAUT *et al.*, 2018).

#### 4.5. Módulo de elasticidade

Os resultados obtidos no ensaio de módulo de elasticidade estático (tangente inicial) evidenciam que não ocorreram reduções expressivas ao longo do tempo para ambas as misturas testadas (Figura 29). Na idade de 12 meses os concretos moldados com o CP V apresentaram uma ligeira redução nesta propriedade (da ordem de 6%). Desta forma, acredita-se que em virtude do processo de DEF já ter iniciado, esta propriedade virá a apresentar maiores reduções ao longo do tempo em função do aumento da expansão, visto que a partir das análises dos concretos por MEV, conforme apresentado no item 4.9, já é possível observar fissurações e preenchimento dos poros, além da fragilização da matriz.

No caso dos concretos moldados com cimento CP IV-32 RS, verificou-se aumento desta propriedade ao longo do período estudado, corroborando com os resultados encontrados por Schovanz (2019) para o mesmo cimento, porém, com indução da DEF pelo método Brasileiro (HASPARYK *et al.*, 2021).



Fonte: Próprio autor (2021).

Realizando a análise de variância (Tabela 12) dos resultados obtidos no ensaio de módulo de elasticidade, é possível observar que o cimento influencia significativamente no comportamento desta propriedade, entretanto, para a variável idade, não houve evidências significativas.

	Tabela 12: Análise de variância do módulo de elasticidade estático.						
	SQ	GL	MQ	F	valor-P	F crítico	
Cimento	33,40840	1	33,40840	12,25943	0,00184	4,25968	
Idade	10,21429	5	2,04286	0,74964	0,59443	2,62065	
Interações	2,78703	5	0,55741	0,20454	0,95737	2,62065	
Erro	65,40287	24	2,72512				
Total	111,81259	35					
<u> </u>	ma daa guadradaa:		libordodo MO: N	ládio dos quadra	dog E. Eighor S	nodooor	

SQ: soma dos quadrados; GL: graus de liberdade, MQ: Média dos quadrados, F: *Fisher-Snedecor* Fonte: Próprio autor (2021).

O módulo de elasticidade é considerado por diversos autores como um bom indicador para avaliar o progresso dos danos causados por reações expansivas. Porém, como são os agregados que regem essa propriedade, na maioria das vezes, espera-se maiores influências quando há ocorrência da reação álcali-agregado em comparação à DEF, pois a etringita acomete inicialmente os poros e a matriz cimentícia, conforme destacado por Sanchez *et al.* (2020). Tendo em vista que a pasta de cimento não apresenta a mesma importância na rigidez, este tende a ser menos sensível para a DEF nos estágios iniciais de expansão. Porém, conforme abordado no item 4.9, a microestrutura dos concretos já sinaliza os reflexos da DEF no que tange a integridade da matriz cimentícia, bem como verificam-se neoformações na zona de transição, sugerindo um estágio em andamento para

futuros reflexos negativos em idades mais avançadas nas propriedades mecânicas dos concretos testados.

Segundo Al Shamaa *et al.* (2014), o módulo de elasticidade estático começa a apresentar reduções apenas quando o ponto de inflexão da fase de aceleração da DEF é atingido. Em sua pesquisa, esse comportamento foi observado, não sendo evidenciadas reduções expressivas para níveis de expansão de até 0,08%, independente do cimento utilizado. Resultados semelhantes são apresentados por Melo (2010), onde a redução desta propriedade também não foi evidenciada na presença do cimento tipo CP IV, com cinza volante. Por outro lado, estes resultados diferem dos obtidos por Giannini *et al.* (2018) para cimentos classificados pela da ASTM C150 como Tipo I e Schovanz *et al.* (2021), para misturas de concreto com cimento CP V, que apresentaram reduções no módulo de elasticidade estático no período latente, porém, com taxas maiores de expansão. Fato esse corroborado por Pichelin *et al.* (2020), que constataram que o início das reduções pode ser observado quando as expansões atingem patamares entre 0,05% e 0,10%, ou seja, ainda no período latente.

A correlação entre o módulo de elasticidade e a resistência à compressão também foi avaliada (Figura 30), de maneira a comparar com o cálculo teórico para a obtenção do módulo de elasticidade com base no  $f_{ck}$  de projeto do concreto, conforme recomendações da NBR 6118 (ABNT, 2014) e ACI 318-19 (ACI 318, 2019).





Fonte: Próprio autor (2021).

As curvas teóricas apresentadas, referem-se a concretos na idade de 28 dias, e seus valores sugeridos pela NBR 6118 (ABNT, 2014) são calculados por meio da equação  $E_{Ci} = \propto_E 5600 \sqrt{fck}$ , sendo  $\propto_E$  o coeficiente relacionado ao agregado utilizado (adotado 1,0 para granito). As recomendações da ACI 318-19 (ACI, 2019) são calculadas pela equação  $E_{ci} = 4732\sqrt{fck}$ . Para esta comparação, foram adotados os valores individuais das resistências à compressão e dos módulos de elasticidade estático determinados em todos os corpos de prova ensaiados.

Com base nos resultados obtidos, foi possível observar que todos os valores, independente do cimento utilizado, permaneceram abaixo das curvas estimadas. Apesar da redução observada no módulo de elasticidade obtido por meio de ensaios, a elevada diferença entre o módulo obtido e o estimado pelos cálculos das normas não pode ser atribuído apenas à DEF, visto que tem-se observado que de modo geral, concretos convencionais, sem patologias, vem apresentando valores abaixo dos estimados pelos calculados teóricos das normas.

O ensaio de teste de dano de rigidez, abordado no item 4.6 também permite a obtenção do módulo de elasticidade considerando a curva tensão/deformação obtida no primeiro ciclo. Dessa maneira, foram analisados os resultados obtidos por meio destes dois ensaios e suas semelhanças (Figura 31).





Fonte: Próprio autor (2021).

A partir da comparação dos resultados obtidos pelos diferentes ensaios, é possível verificar que o comportamento, assim como valores de módulo fornecidos pelo ensaio de SDT apresentaram diferenças que variaram de 1% a 21% quando comparados com os valores obtidos por meio do ensaio prescrito na NBR 8522 (ABNT, 2017), destacando-se a menor variabilidade entre os valores encontrados para os concretos com CP IV, com diferença máxima de 5% entre os dois modos de ensaio. Além disso, ao longo do tempo, independente do cimento e do método empregado, observa-se redução desta propriedade em decorrência da manifestação patológica da DEF, e de forma mais expressiva na presença do CP V.

## 4.6. Teste de dano de rigidez – SDT (Stiffness Damage Test)

Os resultados dos ensaios de SDT foram analisados por meio dos gráficos tensão/deformação obtidos no ensaio, assim como, também foram avaliados os valores resultantes para os parâmetros Índice de Dano de Rigidez (SDI) e Índice de Deformação Plástica (PDI).

Mediante a análise das curvas tensão/deformação para os concretos com o cimento CP V-ARI, obtidas pelo ensaio de SDT nas idades avaliadas (Figura 32), foi possível verificar um aumento na área de histerese, ou seja, um aumento nas deformações dos CPs ao longo do tempo, visto que as expansões também aumentaram no decorrer deste período.





Embora em menor magnitude, os concretos moldados com CP IV, apresentaram a mesma tendência de comportamento (Figura 33), com o aumento das deformações ao longo do tempo, estando em concordância com o crescimento das expansões verificadas nos CPs prismáticos.



O comportamento dos concretos pelo SDT também pode ser percebido por meio da análise dos parâmetros SDI e PDI, conforme indicado na Figura 34, e que representam, respectivamente, a razão de energia dissipada/deformação plástica à energia total/deformação implementada no sistema. De acordo com Giannini et al. (2018) e Sanchez et al. (2018) esse comportamento pode estar relacionado ao aumento da fragilidade do concreto, ocorrido devido à microfissuração ocasionada por reações internas como a DEF. Em Schovanz et al. (2021), é possível perceber as influências da DEF na rigidez de concretos deteriorados contendo um cimento do tipo CP V-ARI ao longo do tempo.







Na idade de um ano de ensaio, com expansão de 0,06%, os concretos moldados com CP IV-32 RS apresentaram SDI de 0,26 e PDI de 0,14, indo de encontro ao apresentado em Schovanz (2019) para concretos moldados com o mesmo tipo de cimento e expansões da mesma ordem, com valores de 0,27 para o SDI e 0,06 para PDI. Já para as amostras com o CP V-ARI, os valores de SDI e PDI foram de 0,34 e 0,17, respectivamente, estando em conformidade com os dados obtidos no presente estudo.

O crescimento destes índices, ao longo do tempo, juntamente com o aumento das expansões representa a gradativa perda da integridade física do concreto. Considerando-se que o parâmetro PDI indica a deformação plástica ocorrida a partir dos danos e da quantidade de fissuras internas, por meio da medição de sua energia dissipada durante o ensaio de SDT, mais sinais de danos podem ser vistos por meio do aumento dos valores de SDI, atrelado à rigidez, assim como os níveis de expansão aumentam (SANCHEZ et al., 2017; 2020). Algumas oscilações foram observadas entre 9 e 12 meses, apresentando quedas nos valores de alguns dos índices, originadas por uma maior dispersão dos dados entre amostras quando o grau de deterioração aumenta, e por conseguinte, a heterogeneidade dos fenômenos expansivos. Nesse caso, a análise e discussão dos resultados por meio de faixas pode ser uma opção mais apropriada do que dados pontuais, conforme Tabela 13.

Resultados semelhantes também foram encontrados por Giannini *et al.* (2018) no estudo da DEF, onde para níveis de expansão entre 0% e 1% os valores de SDI variaram de 0,14 a 0,46, e os valores de PDI de 0,13 a 0,42, assim como em Martin *et al.* (2017) e Sanchez *et al.* (2018), porém, para níveis de expansão maiores que 0,50%, quando se tratando de DEF.

Diab *et al.* (2020) encontraram valores de 0,29 para SDI e 0,17 para PDI com expansões da ordem de 0,07% e Sanchez *et al.* (2017), com expansões de 0,11%, verificaram valores de até 0,31 para o SDI e 0,27 para o PDI. Entretanto, nesses estudos os autores avaliaram os efeitos da reação expansiva do tipo RAA, mas apesar da diferença de tipo de reação envolvida, essa comparação foi feita levandose em consideração a proximidade dos valores encontrados nos parâmetros SDI e PDI para níveis semelhantes de expansão aos observados nesta pesquisa. Portanto, os dados obtidos são coerentes e podem ser considerados, tendo como base aqueles contidos na literatura.

O avanço mais rápido da deterioração por DEF na presença do CP V (Figura 32) em comparação ao CP IV (Figura 33) trouxe os maiores índices no SDT em virtude das maiores expansões ao longo do tempo em estudo. Em geral, para expansões entre 0,06% e 0,09%, o SDI se situou entre 0,26 e 0,34 e o PDI, entre 0,14 e 0,21. Para expansões abaixo de 0,05%, o SDI e o PDI situaram entre 0,23 e 0,30 e 0,07 e 0,10, respectivamente. Essas constatações estão em conformidade com o disposto em Sanchez *et al.* (2018; 2020), os quais observaram que conforme os níveis de expansão crescem, os danos no concreto e consequentemente aos valores de SDI e PDI aumentam.

Na Tabela 13 é apresentado um compilado dos principais estudos na literatura e os valores encontrados para SDI e PDI, obtidos a partir do ensaio SDT em trabalhos envolvendo DEF e/ou RAS.

Fonte	Cimento	Ataque	Expansão (%)	SDI	PDI	
Sanchez <i>et al.</i> (2017)	Cimento Portland tipo I - ASTM C150	RAS	0,03 - 0,30	0,06 - 0,36	0,03 – 0,31	
Martin <i>et al.</i> (2017)	"Cimento com alto teor de aluminatos"	DEF	0,92 - 1,33	0,37 – 0,86	0,13 – 0,66	
Giannini <i>et al.</i> (2018)	Cimento Portland tipo I - ASTM C150	DEF	0,00 - 1,01	0,14 – 0,46	0,13 - 0,42	
Sanchez et al. (2018)	Cimento Portland	DEF e	0.04 1.00	0.11 0.54	0.10 0.50	
Sanchez et al. (2020)	tipo I - ASTM C150	ASTM C150 DEF+RAS <sup>0,</sup>		0,11 - 0,54	0,10 - 0,50	
0   (0040)	CP IV-32 RS	DEE	0,02 - 0,18	0,27 - 0,24	0,07 - 0,01	
Schovanz (2019)	CP V-ARI		0,02 - 1,09	0,40 - 1,86	0,01 – 0,28	
Souza et al. (2019)	-	RAS	0,00 - 0,30	0,08 - 0,30	-	
Kongshaug et al. (2020)	Cimento Portland CEM I	RAS	0,02 - 0,37	0,06 - 0,20	0,04 - 0,22	
Diab <i>et al.</i> (2020)	Cimento tipo GU	RAS	0,02 - 0,99	0,18 – 0,45	0,16 – 0,28	
	CSA-A3001					
Zahedi <i>et al.</i> (2021)	Cimento Portland tipo I - ASTM C150	RAS	0,08 - 0,15	0,17 – 0,26	-	
Próprio autor	CP IV-32 RS	DEE	0,00 - 0,06	0,24 - 0,29	0,09 - 0,14	
Melo (2021)	CP V-ARI	DEF	0,00 - 0,09	0,32 - 0,35	0,14 - 0,17	

Tabela 13: Valores de SDI e PDI encontrados na literatura

Fonte: Próprio autor (2021).

# 4.7. Potencial de hidrogênio (pH) da água de imersão dos corpos de prova

O nível do pH da água de imersão das amostras foi acompanhado durante o período de um ano dos ensaios, e se encontra apresentado na Figura 35. O valor inicial de 6,87 corresponde ao pH da água proveniente do fornecimento público, utilizada para imersão dos corpos de prova, que também foi usada como água de mistura na confecção dos CPs estudados.

Figura 35: Nível de pH da água de imersão dos corpos de prova ao longo do tempo.



Fonte: Próprio autor (2021).

No período inicial de ensaio, até 84 dias, foi observado um aumento de 82% no pH da solução, partindo de 6,87 para 12,48, o que pode ser justificado pelo ambiente de imersão, que é propicio à liberação do hidróxido de cálcio e hidróxidos alcalinos, ou seja, há lixiviação dos concretos. Após 168 dias, a solução apresentou uma redução nos valores de pH, estabilizando-se entre 9,5 e 10,5 até a idade de um ano, o que indica que houve equilíbrio do pH da solução.

A análise do pH é um fator importante pois, segundo Liu *et al.* (2020), existem correlações entre o valor de pH do sistema, a instabilidade da etringita e o desenvolvimento da resistência do elemento, pois o pH do sistema afeta diretamente sua formação.

O elevado crescimento do pH observado, também foi encontrado no trabalho de Bronholo (2020), onde a solução inicial de imersão dos corpos de prova apresentava pH de 7,3 e, ao longo do período de estudo, variou entre 12 e 13,5. Schovanz (2019) também verificou esse aumento com água de imersão, com pH inicial de 6,9, porém atingindo valores próximos a 9 após 120 dias de análise.

### 4.8. Inspeção visual

Por meio das inspeções visuais periódicas nos concretos moldados com cimento do tipo CP V-ARI, sintomas sugestivos da DEF começaram a aparecer ao longo do tempo.

Logo nas primeiras idades, com 56 dias, foi observada uma "película", que quando retirado o CP da água, essa tomava a aparência de um pó com coloração esbranquiçada, podendo, em alguns casos, ser confundida com a formação da DEF. No entanto, considerando o tempo curto de ensaio e os resultados obtidos nos ensaios realizados nessa idade, de acordo com a literatura, provavelmente trata-se da solubilização dos álcalis na água de imersão, ou a ocorrência da hidrólise da portlandita (Ca(OH)<sub>2</sub>) presente na mistura. Estas observações também foram relatadas por Schovanz (2019) em sua pesquisa. Já a partir da idade de 84 dias, os corpos de prova passaram a apresentar pequenos pontos esbranquiçados (Figura 36), localizados em poros na superfície dos prismas.

Os prismas de concreto moldados com o cimento CP IV-RS 32 não apresentaram grandes alterações visuais até a idade de 224 dias, além de uma película gelatinosa, provavelmente causada pela solubilização de elementos na água de imersão, como ocorrido com os concretos CP V-ARI.



Figura 36: Inspeção visual dos prismas de concreto

CP IV-32 RS com 224 dias Fonte: Próprio autor (2021)

De acordo com Melo (2010), a análise visual do concreto ao longo do tempo é uma importante prática na avaliação da DEF, porém, apesar de parecer simples, esta exige uma grande experiência em diagnósticos de reações expansivas. Pichelin *et al.* (2020) desenvolveram um estudo a fim de detectar a ocorrência de DEF antes mesmo que este fenômeno fosse percebido visualmente, pois os aspectos visuais mais significativos da DEF começam a aparecer principalmente quando os níveis de expansão já se encontram elevados, de modo que fissuras e produtos esbranquiçados em poros e nas próprias fissuras se tornam mais perceptíveis.

Até a idade analisada de um ano, os prismas não apresentaram expressivas alterações visuais, apenas pequenos pontos esbranquiçados em poros superficiais, como apresentado na Figura 36. Já no caso dos CPs cilíndricos, por meio da análise visual da sua porção interna, e após a realização dos ensaios mecânicos (Figura 37), foi possível observar poros parcialmente preenchidos com material branco a partir da

idade de 112 dias nos concretos com CP V-ARI, e com 180 dias a mesma situação foi observada além de sinais de pulverulência, comportamento que se repetiu até a idade de 365 dias. No caso dos CPs moldados com CP IV, mesmo que em pouca quantidade, aos 180 dias foi também possível observar a presença de material esbranquiçado dentro dos CPs rompidos, assim como pulverulência no interior do corpo de prova. Uma tabela (Anexo 1) foi desenvolvida para acompanhar os resultados das inspeções visuais na superfície dos corpos de prova prismáticos e no interior dos cilíndricos, ao longo do tempo. Dessa maneira, foi possível observar o aumento da pulverulência e dos pontos esbranquiçados no interior dos CPs com o passar do tempo, assim como os sinais apresentados na superfície dos prismas, destacando-se o aspecto de fragilidade da matriz no interior dos CPs cilíndricos com CP V (Figura 37b) comportamento que vai de encontro ao observado por meio das microscopias.







a)365 dias – CP IV-32 RS



Segundo Diab *et al.* (2020) e Nascimento (2020) quando analisados blocos de concreto moldados em campo, porém de forma controlada, é possível identificar feições que representam reações expansivas, porém, sem a realização de ensaios químicos e análises de microscopia não se pode confirmar sua origem. Já em laboratório é possível controlar e acompanhar o desenvolvimento dos sintomas da DEF por meio da inspeção visual. Autores, como Schovanz (2019), Bronholo (2020), Nascimento (2020), Yammine *et al.* (2020), Schovanz *et al.* (2021) e Portella *et al.* (2021) verificaram que os corpos de prova afetados pela DEF, com o passar do tempo e avanço deste ataque, apresentavam neoformações nos poros por MEV, que por

inspeção visual se encontravam preenchidos com material esbranquiçado ou branco, bordas esbranquiçadas no entorno dos agregados, sinais de hidrólise da portlandita e, em casos mais severos, nos quais a expansão já apresentava valores elevados, fissuração mapeada do concreto.

## 4.9. Análise microestrutural (MEV)

A partir das análises microestruturais dos concretos por MEV/EDS, foi possível observar já aos 6 meses diferença de comportamento em virtude dos diferentes cimentos empregados e expansões atingidas. Ainda que nem todos os poros se apresentassem repletos de neoformações, no concreto com o CP V notou-se formações de etringita (E) aglomeradas em vários dos poros, e de diferentes tamanhos. No concreto contendo o CP IV, apenas algumas finas acículas foram observadas dispersas em poros da amostra analisada, demonstrando diferentes estágios do processo da DEF (Figura 38). As interfaces entre pasta e agregado nem sempre se mostraram alteradas e, quando isso foi observado, a presença de fases sulfatadas intermediárias bem como da etringita se encontravam presentes na ZT e, em especial a etringita, mais facilmente identificada no concreto com o CP V, conforme Figura 39.



Figura 38: Poro das amostras com algumas formações de etringita.

Fonte: Furnas (2021).



Fonte: Furnas (2021).

A partir de uma análise mais detalhada das pastas dos concretos, foi possível identificar poros totalmente preenchidos por etringita (E), embora alguns vazios ainda foram observados nas amostras com o CP V; essas aglomerações não foram verificadas nas amostras com o CP IV, apenas uma matriz mais compacta na qual se notam as partículas da cinza volante em meio aos produtos formados, além de algumas formações sugestivas de fases de transição na formação da etringita (Figuras 40 e 41). Por meio das análises no MEV constatou-se os diferentes estágios de evolução da DEF, ao serem comparados os dois cimentos empregados.



Figura 40: Matriz cimentícia indicando formações de etringita (E) nos poros e partículas de cinza volante (cv).

Fonte: Furnas (2021).

Figura 41: Micrografias indicando diferentes estágios da DEF (setas cinzas) e a fragilização na pasta, com microfissuração (setas amarelas).



Fonte: Furnas (2021).

Características típicas da DEF podem ser observadas nas Figuras a seguir, em ambos os concretos na idade de 12 meses, assim como, verifica-se o avanço e agravamento microestrutural ocorrido ao ser comparado com 6 meses de idade.

A partir da Figura 42, em uma vista mais geral pode ser percebida a fragilização tanto da matriz cimentícia quanto da interface pasta/agregado. No concreto moldado com o CP V, além de neoformações de etringita na zona de transição, podem ser observadas regiões com formações massivas desta etringita (E) secundária na pasta. Com o cimento CP IV, a pasta mostra zonas densas em decorrência da presença da cinza volante, porém já é marcante também a formação massiva da etringita na interface com o agregado (a) e microfissurações intensas para ambos os concretos. Na Figura 43, os poros das amostras de concreto se apresentam com muitos cristais de etringita, sendo que nos concretos contendo CP V as formações são nodulares, e se apresentam com várias aglomerações preenchendo quase totalmente os poros, além da presença de fissuras radiais (setas). Já no concreto com o CP IV, os poros também se encontram com deposições, fissuração radial, porém ainda sem aglomerações, mas sendo facilmente observados os cristais da etringita formada.



Figura 42: Vista menos ampliada dos concretos com intensa fissuração e neoformações.

Fonte: Furnas (2021).

Figura 43: Detalhe de poros das amostras contendo a etringita tardia.



Fonte: Furnas (2021).

Análises detalhadas tanto da pasta como da zona de transição (ZT) foram realizadas (Figuras 44 e 45) e regiões massivas foram encontradas para ambos os concretos. Algumas diferenças foram a observação da fase monossulfato no concreto com o CP IV bem como a presença de cristais aciculares em algumas regiões, enquanto o concreto com o CP V se apresenta totalmente tomado por etringita comprimida (Figura 44). No quesito ZT, são notáveis as formações massivas para ambos os concretos, porém, com uma maior abrangência os confeccionado com cimento CP V (Figura 45).



Fonte: Furnas (2021).





Fonte: Furnas (2021).

Do ponto de vista da integridade dos concretos (Figura 46), pela microestrutura verificou-se que ambos se apresentam fragilizados aos 12 meses, com microfissurações, perda de aderência pasta/agregado, além das neoformações de etringita comprimida. As únicas diferenças observadas foram que o concreto contendo o CP IV apresentou uma matriz cimentícia mais densa, e o concreto com CP V exibiu maiores dispersões da etringita comprimida ao longo de toda a matriz, indicando além da diferença da presença da pozolana (cinza volante – CV), diferentes estágios de evolução da DEF entre os dois concretos.



Fonte: Furnas (2021).

Todos os produtos mencionados foram identificados apenas após a sua confirmação prévia por microanálises (EDS duplo). A seguir, são apresentados alguns espectros para esse registro (Figura 47 a 50).



Fonte: Furnas (2021).

Schovanz (2019), a partir de análises da microestrutura dos concretos, também verificou a presença de cristais aciculares de etringita e neoformações em idades iniciais das misturas com o cimento CP V. Na idade de 6 meses observou formações massivas de etringita nos poros, deterioração da matriz cimentícia com intensa formação de cristais de etringita e interface pasta/agregado repleta de neoformações; aos 9 meses a pasta se encontrava totalmente tomada pela DEF e o concreto fragilizado, com deposições de etringita nos agregados, além das neoformações na zona de transição, quando a expansão tinha alcançado 1%. Na mistura com o CP IV em idades iniciais a pesquisadora verificou poucas deposições de cristais no interior de alguns poros, e com 6 meses, foram observadas formações massivas na matriz e poros totalmente preenchidos por etringita comprimida. Na análise aos 9 meses, foram evidenciados cristais de etringita e localmente algumas fissuras radiais, e o concreto havia expandido cerca de 0,18%.

Bronholo (2020) observou comportamento semelhante em sua pesquisa, verificando para concretos com CP V que aos 3 meses já havia poros parcialmente preenchidos com etringita comprimida e início de microfissuração radial; aos 6 meses identificou a formação de etringita massiva espalhada pela matriz e na idade de 12 meses, evidenciou a etringita massiva por toda a matriz cimentícia, inclusive na interface entre a pasta/agregado. O comportamento da mistura com um CP IV também se assemelhou ao verificado nesta pesquisa, sendo percebido aos 3 meses cristais de etringita no interior dos poros e, com 6 meses, poros quase totalmente preenchidos pela etringita, neoformações espalhadas na matriz cimentícia e início de microfissurações radiais. Na idade de 12 meses os poros estavam totalmente preenchidos com presença de etringita massiva na matriz e na zona de transição entre pasta e agregado.

Ainda, em Portella *et al.* (2021) foi verificado em misturas com o CP V-ARI aos 91 dias, a presença de etringita maciça, está formada em toda a superfície do corpo de prova e na região de transição pasta/agregado; já aos 450 dias, os pesquisadores observaram sinais mais expressivos em termos de volume de etringita comprimida formada nos poros e, principalmente, nas superfícies de fratura.

## 4.10. Análises termogravimétricas (TGA/DTG)

A partir das análises das curvas TGA e DTG das misturas em diferentes idades (Figura 51) foi possível verificar as particularidades que estas apresentaram ao longo do período de ensaio. Verificam-se três picos predominantes, sendo o primeiro até 380°C, onde se volatiliza parte da água quimicamente combinada do C-S-H, além das fases aluminatos (AFt e AFm), seguidos pelo hidróxido de cálcio, em temperaturas entre 380°C e 480°C e, por fim, o pico relativo principalmente ao carbonato de cálcio.



Por meio do DTG, que fornece o resultado da derivada primeira da curva termogravimétrica obtida no ensaio de TGA, e representa a taxa de variação de massa em função da temperatura, foi possível realizar a quantificação das principais fases da pasta de cimento devido à decomposição específica dos compostos em determinadas temperaturas já conhecidas (FERREIRA, 2017; LEKEM, 2019). Entretanto, é necessário corrigir as perdas de massa para a mesma base de não voláteis, conforme descrito por Taylor (2001). Esse protocolo deve ser feito de forma a adequar os resultados para uma análise comparativa em virtude das diferenças das massas residuais entre as misturas, após o ensaio; portanto, a análise não pode ser realizada diretamente a partir dos dados iniciais. Desse modo, na Tabela 14, se encontram apresentados os valores encontrados para as amostras ensaiadas nesta pesquisa, já na base de não voláteis, na qual se observa maiores perdas totais para as amostras contendo o CP V-ARI ao longo das três idades avaliadas.

	Perda de massa (%)					
Tipo de amostra	Aglomerante	ldade (dias)	C-S-H AFt e AFm	СН	CaCO <sub>3</sub>	Total
		28	2,86	1,22	4,83	8,91
	CP IV-32 RS	180	5,65	-	5,84	11,48
Argamassa extraída do concreto		365	6,80	1,64	3,27	11,71
		28	2,77	1,67	4,67	9,11
	CP V-ARI	180	5,23	2,65	3,72	11,59
		365	8,49	3,00	3,49	14,98

Tabela 14: Perdas de massa dos produtos presentes nas argamassas extraídas dos concretos investigados ao longo do tempo.

Fonte: Próprio autor (2021)

Devido à sobreposição dos seus picos de decomposição, as concentrações dos compostos C-S-H, etringita e AFm foram analisadas conjuntamente. Foi verificado o aumento de perda de massa destes compostos para as duas misturas (CP V e CP IV) ao longo do tempo. Aos 365 dias, o concreto moldado com o cimento CP V-ARI apresentou maiores perdas totais (8,49%) ao serem comparados com aqueles contendo o CP IV (6,80%), estando essas provavelmente associadas à intensificação das neoformações de etringita (AFt) ao longo do tempo, pois a sua concentração está relacionada diretamente com os teores de íons aluminato e sulfato no sistema. Consequentemente, quanto maior a presença desses íons, mais elevada será a concentração desse produto, corroborando as maiores expansões e as

neoformações observadas por microscopia eletrônica de varredura no presente estudo.

Para as amostras contendo o cimento tipo CP IV analisadas, vale destacar os menores valores obtidos para o hidróxido de cálcio (CH), estando atribuído à pozolana presente como adição mineral. O mesmo foi observado por Gomides (2009) ao analisar misturas por essa técnica em função do consumo do CH na formação do C-S-H (ANJOS *et al.*, 2012; HOPPE *et al.*, 2017).

De acordo com a Tabela 14, verifica-se que a perda de massa, relativa aos compostos C-S-H e aluminatos, evidenciada para a mistura com CP IV variou ao longo do tempo de 2,86% até 6,80%, e para aquela com o CP V, de 2,77% para 8,49%. Na Figura 52 é possível observar o comportamento crescente da variação de massa destes compostos, apresentando aumento de 97% entre 28 e 180 dias, e 20% de 6 meses a 1 ano na presença do CP IV. Já para o CP V, entre 28 e 180 dias o ganho foi próximo ao do CP IV (89%), porém, após 180 dias, a taxa de crescimento com o CP V se manteve elevada levando à maiores perdas aos 365 dias (62%).



Figura 52: Variação da perda de massa dos produtos C-S-H, AFt e AFm ao longo do tempo.

Na Figura 53 são agrupadas as diferenças das perdas de massa entre os concretos contendo o CP IV e o CP V, frente à decomposição dos principais compostos avaliados pelo método de TGA/DTG na idade de 365 dias.

Fonte: Próprio autor (2021).



Figura 53: Resultados do ensaio TGA/DTG dos concretos CP IV e CP V

Comportamento semelhante também foi observado por Gomides (2009) em seu estudo envolvendo o ataque interno por sulfetos, verificando aumentos ainda maiores da concentração de etringita e C-S-H, em torno de 189% e 439% (por um período de 450 dias), para cimentos com escória de alto forno como adição mineral. Sabendo que não é comum o aumento do C-S-H e da etringita em concretos após 6 meses, esse crescimento verificado pode ser atribuído à formação de etringita secundária em decorrência da DEF, corroborando com o que foi observado por meio da análise das imagens de microscopia (MEV) aos 6 e 12 meses.

## 4.11. Índice de dano – DRI (*Damage Rate Index*)

O número DRI, assim como a análise das características dos danos, foi determinado na idade de 365 dias, na metade semi-polida de corpos de prova rompidos por compressão diametral para os dois tipos de cimento. Os valores calculados estão apresentados na Figura 54.

Para o concreto moldado com o cimento do tipo CP V-ARI o número DRI obtido foi de 338, tendo como principais características de dano fissuras na pasta de cimento (FPC) e fissuras nas partículas dos agregados graúdos. Este comportamento foi parcialmente distinto em comparação ao concreto com CP IV-32 RS, que além de apresentar um número DRI inferior, de 273, suas principais características de dano foram fissuras abertas nos agregados graúdos (FAA) seguido por algumas fissuras fechadas nos agregados graúdos (FFA). Vale destacar que o concreto contendo CP V

Fonte: Próprio autor (2021).

apresentou maior percentual de fissuras na pasta, com (FPPC) ou sem produtos da reação (FPC) ao ser comparado ao concreto moldado com CP IV.



Fonte: Próprio autor (2021).

Características de dano similares às verificadas para o CP V-ARI também foram encontradas por Martin *et al.* (2017). Os pesquisadores observaram como principais responsáveis pelos danos o FPC (64,4%) e FAA (25,5%), entretanto é importante destacar que os elementos analisados pelos autores apresentavam um grau de dano mais elevado (DRI superior a 2000), uma vez que as expansões eram bem mais elevadas, e da ordem de 1,3%. Com expansões menores oriundas de DEF e DEF+RAA (da ordem de 0,11%), Sanchez *et al.* (2018) obtiveram DRIs variando entre 355 e 599. Especificamente no estudo da DEF, os pesquisadores obtiveram índice de 840, porém com valor de expansão bem mais elevada (0,80%) em comparação ao presente trabalho.

As principais características de dano apresentadas foram adotadas seguindo as recomendações de Villeneuve (2011), que foram corroboradas por Sanchez *et al.* (2018; 2020), assim como os seus fatores de ponderação (ver item 3.3.1). Algumas dessas características são apresentadas na Figura 55, referentes ao presente estudo.



Figura 55: Características de dano nos concretos.

Fonte: Próprio autor (2021).

Por se tratar de um método de análise semi-quantitativo, e dependente do analisador, os valores obtidos por meio do DRI costumam ser avaliados em conjunto com outros parâmetros. Tendo em vista ainda que os danos em concreto variam de acordo com o tipo de mecanismo envolvido e a microestrutura do material, em função da relação a/c, da porosidade, entre outros, o DRI deve ser utilizado para avaliar a causa e a extensão dos danos nos elementos de concreto, juntamente com correlações dessas informações e a expansão dos concretos e reflexos negativos nas propriedades mecânicas (SANCHEZ *et al.*, 2017; MOHAMMADI *et al.*, 2020).

## 4.12. Análise global dos dados

Neste item, são apresentadas algumas das principais relações observadas entre os resultados obtidos, realizando comparações e discussões que corroboraram a existência de reações deletérias causadas pela DEF para os concretos moldados com os cimentos CP V-ARI e CP IV-32 RS, e avaliados até 365 dias.

Conforme Tabela 15 é possível observar de maneira agrupada, para os dois concretos, as médias obtidas por meio dos ensaios de expansão dos prismas de concreto (EXP), variação de massa dos prismas (VM), resistência à compressão (RC), resistência à tração (RT), módulo de elasticidade estático (EE), índice de dano de rigidez (SDI), índice de deformação plástica (PDI) e índice de dano (DRI).

Idade	EXP (%)	VM (%)	RC (MPa)	RT (MPa)	EE (GPa)	SDI	PDI	DRI
			CF	P V-ARI				
28	-	-	26,19	2,53	19,63	0,32	0,14	-
56	0,02	0,32	34,23	3,03	18,90	-	-	-
112	0,04	0,99	35,15	2,93	20,00	-	-	-
180	0,06	1,26	40,69	3,07	20,44	0,32	0,21	-
270	0,08	1,34	38,54	2,48	20,72	0,35	0,21	-
365	0,09	1,50	37,71	2,43	19,45	0,34	0,17	338
Fator (%)	50	19	-7	-21	-5			
Idade	EXP (%)	VM (%)	RC (MPa)	RT (MPa)	EE (GPa)	SDI	PDI	DRI
			СР	IV-32 RS				
28	-	-	30,68	2,96	21,90	0,24	0,09	-
56	0,01	0,25	34,07	3,18	20,80	-	-	-
112	0,02	0,35	37,14	3,56	21,37	-	-	-
180	0,03	0,44	40,69	3,65	22,68	0,23	0,07	-
270	0,05	0,47	38,02	3,59	21,80	0,29	0,09	-
365	0,06	0,63	38,48	3,86	22,16	0,26	0,14	273
Fator (%)	100	43	-5	6	-2			

Tabela 15: Características dos concretos ao longo do tempo.

Fonte: Próprio autor (2021)

Foi incluído um fator, na Tabela 15, que representa a % na qual existe influência da DEF nos concretos ao serem comparadas as idades de 180 dias para 365 dias. No caso da expansão, nota-se entre as idades citadas um ganho de 50% e 100%, na presença do CP V e CP IV, respectivamente. Esses comportamentos indicam que as reações da DEF são muito mais rápidas e intensas nos primeiros meses para o CP V, enquanto que para o CP IV, as expansões surgem de forma mais lenta inicialmente, acelerando após 6 meses. Comportamentos semelhantes ocorrem para a variação de massa (Figura 56 e Tabela 16), sendo corroborados por meio das análises microscópicas (MEV/EDS) ao longo do tempo, sendo possível perceber a intensa formação de produtos neoformados na matriz cimentícia.



Figura 56: Expansão e variação de massa dos prismas de concreto ao longo do tempo.

Fonte:	Próprio	autor	(2021)	).
--------	---------	-------	--------	----

Tabela	16 <sup>.</sup> Ex	nansão e	variação	de massa	ao	londo	do	tempo
i abela	10. LA		vanaçao	ue massa	au	iuiuu.	uu	tempu.

Cimento		56 d	84 d	168 d	280 d	392 d
	Expansão	0,01	0,01	0,02	0,04	0,06
CP IV-32	Var. Massa	0,252	0,297	0,377	0,509	0,630
K3	EXP / VM	2,22%	4,31%	5,94%	7,23%	9,78%
	Expansão	0,02	0,03	0,05	0,07	0,09
CP V-ARI	Var. Massa	0,324	0,594	1,107	1,365	1,501
	EXP / VM	4,94%	4,71%	4,63%	4,81%	5,86%

Fonte: Próprio autor (2021).

Com 365 dias de ensaio, após o tratamento térmico e ciclos de secagem e umidificação, os concretos moldados com o CP V apresentaram expansões 50% superiores aos confeccionados com CP IV. Para a variação de massa essa diferença foi de 138%. Porém, vale destacar, que ao ser analisada a relação expansão/variação de massa pode-se verificar comportamento diferente para os cimentos; enquanto os

concretos com o CP V mantêm variações entre 4 e 6% ao longo do tempo, a mistura com CP IV apresenta um crescimento desta relação ao longo do tempo, variando de 2% até 10%, conforme apresentado na Tabela 16.

Realizando a análise das propriedades mecânicas dos concretos, obtidas pelos ensaios de resistência à compressão, tração e módulo de elasticidade, ao longo do tempo foi possível observar comportamento similar para ambas as misturas, que apresentaram aumento nas resistências até a idade de 180 dias, seguido de redução até a idade de 365 dias, com exceção da resistência à tração e para a mistura com CP IV, que não exibiu reduções ao longo do período analisado (Figura 57).

Entre 365 e 180 dias, o concreto com CP V apresentou queda de resistência à compressão e módulo de elasticidade de 7% e 5%, já na presença do CP IV as taxas foram menores, de 5% e 2%, respectivamente. Ainda, no mesmo período, a resistência à tração dos concretos com o CP V sofreu reduções da ordem de 20%, indicando para o presente estudo uma maior sensibilidade dessa propriedade à DEF, seguida pela resistência à compressão, para ambos os cimentos (Figura 58).





Fonte: Próprio autor (2021).

Ambas as misturas (contendo CP V e CP IV) apresentam poros contendo a etringita massiva, além de fissuração na matriz cimentícia a partir da idade de 180 dias conforme verificado por MEV/EDS, sendo também registrado o aumento da perda de massa na faixa de temperatura que contempla a etringita, ao longo do tempo, por meio da análise TG/DTG. Essas características são responsáveis pelas expansões atingidas, e que suplantam o limite de 0,04% adotado para esse método, assim como exemplificam o início da redução das resistências mecânicas.

De qualquer forma, a incidência das neoformações é mais marcante na presença do cimento CP V-ARI uma vez que alguns poros já contêm a etringita massiva e alguma fissuração na matriz cimentícia aos 180 dias, sendo responsáveis pelas expansões atingidas, que já suplantam o limite de 0,04%.

Pichelin *et al.* (2020) verificaram a presença de etringita maciça e de forma comprimida em concretos com expansões da ordem de 0,05%; essas formações se apresentavam inicialmente em poros e na zona de transição. Conforme os níveis de expansão aumentaram, a etringita continuou a se propagar nestes espaços até que essas zonas preferenciais fossem totalmente preenchidas por etringita, originando fissuras entre esses pontos, que também foram gradativamente preenchidos por mais etringita, indicando o período de aceleração da deterioração.

Esse comportamento também foi avaliado por Al Shamaa *et al.* (2016), que verificaram por MEV a evolução da DEF em concretos, com formações massivas, principalmente na interface pasta/agregado, além de fissuras na matriz cimentícia. A

intensificação das neoformações longo do tempo corrobora as expansões, bem como as reduções das propriedades mecânicas dos concretos.

Já em relação aos resultados obtidos a partir do SDT, os valores não podem ser considerados como absolutos, pois para mesma faixa de expansão os índices SDI e PDI se apresentaram distintos, conforme Tabela 15 (Para expansões de 0,06%, SDI=0,32 e PDI=0,21 para o CP V e para o CP IV, SDI=0,26 e PDI=0,14). Porém, ao analisar concretos de mesma dosagem, mas com cimentos diferentes, existe coerência em termos comparativos, visto que o avanço mais acelerado da deterioração na presença do CP V (por meio da maior microfissuração gerada pela DEF nos primeiros estágios, e também conforme DRI na idade final) trouxe os maiores valores, apesar da mesma faixa de expansão (em análise para 0,06% aos 180 dias para o CP V em 23% e 50%, respectivamente, em comparação ao concreto com o CP IV.

Por meio da avaliação comparativa entre os valores do índice de dano de rigidez, índice de deformação plástica e índice de dano DRI, obtidos na idade final do estudo (1 ano), é possível verificar que, apesar de ambas as misturas estarem acometidas pela DEF, os concretos moldados com CP V apresentam maiores danos à sua integridade quando comparados com os concretos confeccionados utilizando o CP IV, justamente pelas maiores expansões verificadas com o CP V. Essa diferença é apresentada na Tabela 17 e Figura 59, onde verifica-se que a mistura com o CP V possui valores superiores para todos os parâmetros avaliados, com diferenças de 31% no SDI, 21% para PDI e 24% no DRI, quando comparado ao concreto com CP IV.

Tabela 17: Diferença dos parâmetros DRI, SDI e PDI entre os cimentos.							
Cimento	EXP (%)	DRI (x1.000)	SDI	PDI			
CP IV-32 RS	0,06	0,273	0,26	0,14			
CP V-ARI	0,09	0,338	0,34	0,17			
Diferença	50%	24%	31%	21%			

Fonte: Próprio autor (2021).



Figura 59: Parâmetros DRI, SDI e PDI para os concretos aos 365 dias.

Fonte: Próprio autor (2021).

Sanchez et al. (2020) analisaram o uso do DRI para diversas reações expansivas internas. Para expansões de 0,09% em decorrência de um ataque conjugado por DEF+RAA, o DRI determinado ficou próximo a 350. Para as amostras acometidas apenas por DEF, mas com expansão de 0,12%, os pesquisadores observaram valores de DRI próximos a 470. Os concretos afetados apenas por DEF apresentaram características de danos semelhantes aos encontrados nesta pesquisa, já as amostras com DEF+RAA tiveram características de dano diferentes, mas com expansões similares, apresentando número DRI próximo ao encontrado para o CP V-ARI da presente pesquisa.

O DRI vem sendo utilizado em análises de concretos acometidos por reações internas como gelo e degelo, RAA e DEF. No entanto, é importante destacar que a diferença entre operadores pode afetar os resultados analisados (VILLENEUVE et al., 2012; SANCHEZ et al., 2018). Por esse motivo o método vem sendo automatizado de forma a padronizar as características do observador e trazer resultados mais confiáveis (SANCHEZ; TERRA 2019; BEZERRA, 2021; BEZERRA et al., 2021).

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo são apresentadas as conclusões deste estudo, com base nos resultados obtidos e análises realizadas, de acordo com o programa experimental adotado e para as condições e materiais empregados na pesquisa. Na sequência, são sugeridos temas para pesquisas futuras que possam complementar este estudo.

### 5.1. Conclusões

A partir da análise dos concretos produzidos com os cimentos Portland tipo CP V-ARI e CP IV-32 RS, empregando o protocolo para indução da DEF baseado no método francês, verificou-se que ambas as misturas atingiram expansões superiores ao limite aceitável pelo método, que é de 0,04%, para garantir a durabilidade das estruturas frente ao ataque interno por sulfatos, além de exibirem reflexos negativos no comportamento mecânico e microestrutural de ambas as misturas.

Por meio da avaliação das propriedades físicas do concreto, foi possível verificar o potencial de deterioração apresentado pelas amostras, que exibiram comportamento expansivo e de ganho de massa ao longo do tempo devido ao desenvolvimento da DEF. Os concretos confeccionados com CP V-ARI atingiram elevada expansão, da ordem de 0,09%, com aumento de massa de 1,50%, tendo sido afetados de forma precoce e mais expressiva quando comparados aos concretos moldados com o CP IV, que resultaram em expansão de 0,06% e variação de massa de 0,63% na idade final do estudo, com um ano.

Foi possível verificar importantes alterações no comportamento mecânico dos concretos, corroborando com os resultados de expansão e variação de massa observados, e evidenciados pelas análises microscópicas.

A resistência mecânica da mistura com CP V-ARI, apresentou crescimento nos primeiros 6 meses, entretanto com o avanço da DEF, os reflexos negativos começaram a ser percebidos, resultando em reduções de 7% e 5% para resistência à compressão e módulo de elasticidade estático, além de 21% para resistência à tração, propriedade que apresentou maior sensibilidade aos efeitos deletérios da formação de etringita tardia na presença desse cimento. Com o progresso dos danos ao longo do tempo, juntamente com as expansões, os valores dos parâmetros SDI e PDI também se apresentaram afetados e com crescimento ao longo de todo o estudo (entre 28 e 365 dias) de 8% e 21% respectivamente, confirmando o grave estado de deterioração do concreto, já indicado no DRI, e corroborado por meio das análises de microestruturais.

Os concretos moldados utilizando o cimento CP IV-32 RS, apesar de já terem superado o limite de expansão (0,04%) na idade de um ano, ainda não apresentaram reduções expressivas nas propriedades mecânicas, com decréscimo de apenas 5% e 2% para resistência à compressão e módulo de elasticidade, respectivamente, sem

quedas para a resistência à tração. Entretanto, os parâmetros de índice de dano de rigidez e índice de deformação plástica já demonstraram os efeitos deletérios da DEF, sendo observado o seu aumento ao longo do tempo (entre 28 e 365 dias) de 8% e 64% respectivamente, corroborado pelo DRI e análises microestruturais.

O aumento da incidência de etringita ao longo do tempo nas duas misturas estudadas e a evolução da deterioração interna a partir das análises microestruturais por MEV/EDS e TG/DTG registra a ocorrência e evolução da DEF. Em relação à integridade dos concretos, foi observado que ao final do período de ensaio de 12 meses, independentemente do cimento utilizado, ambos os concretos já se encontravam fragilizados, com microfissurações, perda de aderência da pasta/agregado, além de neoformações de etringita comprimida. Apesar de ambas as misturas já apresentarem a etringita tardia em poros, na pasta e zona de transição, em consonância com os maiores níveis de expansão obtidos, é fato que o concreto confeccionado com um cimento do tipo CP V sofreu mais o ataque por DEF, precocemente, se encontrando em um estágio mais avançado em comparação com aquele contendo o CP IV ao final do estudo, uma vez que a matriz cimentícia se apresentava totalmente tomada por etringita comprimida.

## 5.2. Sugestões para futuras pesquisas

Para o desenvolvimento de pesquisas futuras e de forma a ampliar o entendimento sobre os fenômenos expansivos causados pela DEF, foram propostas novas hipóteses de avaliação e sugestões de pesquisa, de modo que venham a complementar os resultados já obtidos por meio deste trabalho.

- Confeccionar blocos de concreto para avaliação e monitoramento em campo, expostos as intempéries e comparar com estudos laboratoriais em ambiente controlado.
- Realizar estudos com a incorporação de diferentes tipos e teores de adições, adotando os procedimentos do programa experimental.
- Investigar o comportamento dos concretos com CP IV em idades mais avançadas, a fim de verificar seu comportamento frente à DEF.
- Avaliar o comportamento da DEF frente à diferentes temperaturas de cura térmica, variando cimentos de mesmo clínquer (CP II CP III, CP IV, etc.) e teores de adições, a fim de verificar as temperaturas nas quais a

DEF se forma, e comparar com as características químicas e físicas dos cimentos testados.

# REFERÊNCIAS

ACI COMMITTEE. Building code requirements for structural concrete (ACI 318-19) and commentary. American Concrete Institute, 2019.

AGUIAR, G.; SELMO, S. M. S. Estudos de argamassas com agregados contaminados por gesso de construção. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia e Construção Civil, São Paulo, 2004.

AL SHAMAA, M., LAVAUD, S., DIVET, L., COLLIAT, J. B., NAHAS, G., TORRENTI, J. M. Influence of limestone filler and of the size of the aggregates on DEF. Cement and Concrete Composites, v. 71, p. 175-180, 2016.

AL SHAMAA, M., LAVAUD, S., DIVET, L., NAHAS, G., TORRENTI, J. M. Coupling between mechanical and transfer properties and expansion due to DEF in a concrete of a nuclear power plant. Nuclear engineering and design, v. 266, p. 70-77, 2014.

AMANTINO, G.; HASPARYK, N. P.; TIECHER, F. Evaluation of the performance of rice husk-ash in mitigation DEF in concrete. In: XVI CONPAT – Congreso Latinoamericano de patologia de la construccion, 2021

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C 150: Standard specification for Portland cement. West Conshohocken, 2007

\_\_\_\_\_. ASTM C 494 Standard Specification for Chemical Admixtures for Concrete. West Conshohocken, 2020.

\_\_\_\_\_. ASTM C 597: Standard test method for pulse velocity through concrete. West Conshohocken, 2016.

AMINE, Y.; LEKLOU, N.; AMIRI, O. Effect of supplementary cementitious materials (scm) on delayed ettringite formation in heat-cured concretes. Energy Procedia, v. 139, p. 565-570, 2017.

ASAMOTO, S., MURANO, K., KURASHIGE, I., NANAYAKKARA, A. Effect of carbonate ions on delayed ettringite formation. Construction and Building Materials, v. 147, p. 221-226, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 11579: Cimento Portland — Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 μm (nº 200). Rio de Janeiro, 2013.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 16372: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2017.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 16607: Cimento Portland — Determinação dos tempos de pega. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 5738: Concreto — Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro, 2016.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 5739: Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 6118. Projeto de estruturas de concreto - Procedimento. Rio de janeiro, 2014.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2019.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 7222: Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2011.

\_\_\_\_\_ ABNT NBR 8522: Concreto - Determinação dos módulos estáticos de elasticidade e de deformação à compressão. Rio de Janeiro, 2017.

\_\_\_\_\_. ABNT NBR 10908: Aditivos para argamassa e concreto - Ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2008.

\_\_\_\_\_. ABNT NBR 11768. Aditivos químicos para concreto de cimento Portland - Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro, 2019.

\_\_\_\_\_. ABNT NBR 15577-4: Agregados – Reatividade álcali-agregado – Parte 4: Determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_. ABNT NBR 16697: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

AUBERT, J. E., ESCADEILLAS, G., & LEKLOU, N. Expansion of five-year-old mortars attributable to DEF: Relevance of the laboratory studies on DEF. Construction and Building Materials, 23(12), 3583-3585, 2009.

AUBERT, J.E.; ESCADEILLAS, G.; LEKLOU, N. Expansion of five-year-old mortars attributable to DEF: Relevance of the laboratory studies on DEF. Construction and Building Materials, v. 23, n. 12, p. 3583-3585, 2009.

BAGHDADI, N.; SEIGNOL, J. F.; TOUTLEMONDE, F. Chemo-mechanical model describing the expansion due to internal sulfate attack: numerical simulation. In: International RILEM Symposium on Concrete Modelling CONMOD'08. 2008. p. 291-298.

BAUER, S. CORNELL, B. FIGURSKI D. LEY, T. MIRALLES J. and DR. KEVIN FOLLIARD. Alkali-Silica Reaction and Delayed Ettringite Formation in Concrete: A Literature Review. Report: Project performed in cooperation with the Texas Department of Transportation and the Federal Highway Administration. Center for Transportation Research at the University of Texas at Austin, 2006.

BEZERRA, A. The Use of Artificial Intelligence for Assessing Damage in Concrete Affected by Alkali-Silica Reaction (ASR). 2021. Tese de Doutorado. Université d'Ottawa/University of Ottawa.

BEZERRA, A.; ANDRADE, G.; SANCHEZ, L.; FRASER, M. Automated Assessment of AAR Damage in Concrete in Progress. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ALKALI-AGGREGATE REACTION IN CONCRETE, 16, 2020, Lisboa, Portugal. Proceedings... Lisboa, Portugal: 16 ICAAR, 2021.
BLANCO, A.; PARDO-BOSCH, F.; CAVALARO, S.; AGUADO, A. Lessons learned about the diagnosis of pathologies in concrete dams: 30 years of research and practice. Construction and Building Materials, 2019, 197: 356-368.

BRONHOLO, J. "Estudo do ataque individual e misto de DEF e RAA e de seus efeitos deletérios nas propriedades físico-químicas e mecânicas de concretos e argamassas de cimento Portland Pozolânico e de alta resistência" Dissertação de Mestrado, Instituto de Engenharia do Paraná, p. 216, 2020.

BROWN, P. W.; BOTHE, J. V. The stability of ettringite, Adv. Cem. Res. 5 (18) (1993) 47–63.

BRUNETAUD, Xavier. Étude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique de l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton. Tese de Doutorado, 2005.

BRYANT, B. Expansion of cementitious mortars due to delayed ettringite formation. Thesis for Master of Science in Civil Engineering. Tennessee Technological University, 2011.

BULLARD, J. W.; JENNINGS, H. M., LIVINGSTON, R. A., NONAT, A., SCHERER, G. W., SCHWEITZER, J. S., THOMAS, J. J. Mechanisms of cement hydration. Cement and concrete research, v. 41, n. 12, p. 1208-1223, 2011. http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.09.011.

CINCOTTO, M. A. Reações de hidratação e pozolânicas. In: ISAIA, G. C. (Org.). Concreto: ciência e tecnologia. 1 .ed. ed. São Paulo: Ipsis Gráfica e editora, 2011, p. 381–413.

COLLEPARDI, M. A state-of-the-art review on delayed ettringite attack on concrete. Cement and Concrete Composites, v. 25, n. 4-5, p. 401-407, 2003.

COLLIER, N. C. Transition and decomposition temperatures of cement phases–a collection of thermal analysis data. Ceramics-Silikaty, v. 60, n. 4, 2016.

COSTA, F. L. Resistência ao ataque por sulfato em sistemas de cimento Portland: efeito do polimorfismo do aluminato tricálcico. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e Infraestrutura, UFRGS, Porto Alegre, 2018.

DAY, R. L. The effect of secondary ettringite formation on the durability of concrete: a literature analysis. 1992.

DEMÉTRIO FILHO, A. A.; CARVALHO, J. R.; MORAES, R. A. P.; ANDRADE, T. W. C. O. Cuidados na execução de fundações em concreto-massa: Edificações verticais. 1 Ed. Recife, Tecomat Engenharia, 2020.

DIAB, S. H.; SOLIMAN, A. M.; NOKKEN, M. R. Changes in mechanical properties and durability indices of concrete undergoing ASR expansion. Construction and Building Materials, v. 251, p. 118951, 2020.

DIAMOND, S. Delayed ettringite formation — Processes and problems. Cement Concrete Composites. v. 18, n. 3, p. 205-215, 1996.

DIVET L. "Les réactions sulfatiques internes au béton : contribution à l'étude des mécanismes de la formation différée de l'ettringite", Etudes et recherches des laboratoires des Ponts et Chaussées, OA n° 40, p. 227, 2001.

FAMY, C. Expansion of heat–cured mortars. Imperial College of Science, Technology and Medicine, University of London, 1999.

FAMY, C., SCRIVENER, K. L., ATKINSON, A., BROUGH, A. R. Influence of the storage conditions on the dimensional changes of heat-cured mortars. Cement and Concrete Research, v. 31, n. 5, p. 795-803, 2001.

FASSEU, P. Alcali-réaction du béton – Essai d'expansion résiduelle sur béton durci. MELPC, ME 44, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1997.

FERREIRA, E. G. A. Avaliação da alteração nas propriedades da pasta de cimento em ambiente de repositório. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Aplicações) – Instituto de pesquisas energéticas e nucleares, Autarquia associada à Universidade de São Paulo, USP, São Paulo, 2013.

FERREIRA, E. G. A. Modelagem descritiva do comportamento do cimento Portland em ambiente de repositório para rejeitos radioativos. 2017. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

FOLLIARD, K. J., R. BARBORAK, T. DRIMALAS, L. DU, S. GARBER, J. IDEKER, T. LEY, S.WILLIAMS, M. JUENGER, B. FOURNIER, M.D.A. THOMAS, Preventing ASR/DEF In NewConcrete: Final Report, Center for Transportation Research, Austin, Texas, 2006.

FU, Y. Delayed Ettringite Formation in Portland cement products. Degree of Doctor – University of Ottawa, 1996.

FU, Y.; DING, J.; BEAUDOIN, J. J. Expansion of portland cement mortar due to internal sulfate attack. Cement and concrete research, v. 27, n. 9, p. 1299–1306, 1997.

GAMBALE, P. G., GAMBALE, E. A., BRONHOLO, J. L., HASPARYK, N. P. Modelagem e retroanálise do comportamento térmico do concreto em protótipo e fundação in loco. Concreto & Construções, [S.L.], v. 103, p. 55-60, 2021. Editora Cubo. http://dx.doi.org/10.4322/1809-7197.2021.103.0005.

GIANNINI, E. R.; SANCHEZ, L.F.M.; TUINUKUAFE, A.; FOLLIARD, K.J. Characterization of concrete affected by delayed ettringite formation using the stiffness damage test. Construction and Building Materials, v. 162, p. 253-264, 2018.

GILLOOTT, J. E., GRABOWSKI, E., JONES, T. N., QUINN, T., SCOTT, J. F., DUGGAN, C.R., Mechanism of expansion in rapid test method for alkali-aggregate reaction, Regress Report #1, Dept. of Civil Engg., University of Calgary, Calgary, Canada May, 1989

GODART, B.; DIVET L. Lessons learned from structures damaged by delayed ettringiteformation and the French prevention strategy. Fifth international conference on Forensic Engineering, Institution of Civil Engineers, Apr 2013, France. 12p, 2013.

GOMIDES, M. J. Investigação de agregados contendo sulfetos e seus efeitos sobre a durabilidade do concreto. Tese (doutorado). Programa de pós-graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2009.

GRABOWSKI, E., CZARNECKI, B.; GILLOTT, J. E.; DUGGAN, C. R.; SCOTT, J. F. Rapid test of concrete expansivity due to internal sulfate attack, ACI Mater. J. 89 (5) 469–480, 1992.

GRAEFF, E. R. Elevação de temperatura de concretos com baixo consumo de cimento e adição de cinza volante. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017

GRATTAN-BELLEW, P. E.; BEAUDOIN, J. J.; VALLEE, V. G. Delayed ettringite formation: effect of clinker particle size and composition on expansion of mortar bars, in: M.D. Cohen, S. Mindess, J. Skalny (Eds.), Materials Science of Concrete—The Sidney Diamond Symposium, American Ceramic Society, Westerville, OH, pp. 295–307, 1998.

HASPARYK, N. P., KUPERMAN, S. C. Deterioração do concreto por reações expansivas in: XXXII - Seminário Nacional de Grandes Barragens – SNGB. - Comitê Brasileiro de Barragens – CBDB. Salvador, Brazil, 2019.

HASPARYK, N. P., KUPERMAN, S. C. Reações expansivas deletérias no concreto. Concreto & Construções, [S.L.], v. 102, p. 49-55, 2021. Editora Cubo. http://dx.doi.org/10.4322/1809-7197.2021.102.0001.

HASPARYK, N. P., SANCHEZ, L. "SDT - Método de Ensaio para a Determinação do Índice de Dano de Rigidez (SDI) e Índice de Deformação Plástica (PDI) em Concretos - Instrução Técnica ITDSBE001". Goiânia: Ed. Furnas, 2021.

HASPARYK, N. P., SCHOVANZ, D., KUPERMAN, S. "Método de Ensaio para a Avaliação do Potencial de Ocorrência da Etringita Tardia (DEF) em Concreto - Instrução Técnica ITGSTE004". Goiânia: Ed. Furnas, 2020.

HASPARYK, N. P.; KUPERMAN, S. C. Deterioração do concreto por reações expansivas. Anais do XXXII - Seminário Nacional de Grandes Barragens – SNGB. - Comitê Brasileiro de Barragens – CBDB. Salvador, 2019.

HASPARYK, N. P.; KUPERMAN, S. C.; TORRES, J. R. Combined attack from AAR and DEF in the foundation blocks of a building. In: Proceeding of 150 International Conference on Alkali Aggregate Reaction in Concrete – 15th ICAAR, Ed. Bernardes, H.; Hasparyk, N.P. São Paulo, 2016.

HEINZ, D.; LUDWIG, U. Mechanisms of secondary ettringite formation in mortars and concretes subject to heat treatment, in: J.M. Scanlon (Ed.), Concrete Durability: Proc. Katharine and Bryant Mather Intern. Conf., ACI SP-100, American Concrete Inst., Detroit, pp. 2059–2071, 1987.

HOBBS, D.W. Expansion and cracking in concrete associated with delayed Ettringite formation. *In*: ERLIN, Bernard (editor). Ettringite: the sometimes host of destruction. Michigan, USA: American Concrete Institute, p. 159-182, 1999.

HÖHLIG, B.; SCHRÖFL, C.; HEMPEL, S.; NOACK, I.; MECHTCHERINE, V.; SCHMIDT, D.; TROMMLER, U.; ROLAND, U. Heat treatment of fresh concrete by radio waves–Avoiding delayed ettringite formation. Construction and Building Materials, v. 143, p. 580-588, 2017.

INGHAM, J. Briefing: Delayed ettringite formation in concrete structures. Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Forensic Engineering v. 165, n 2, p. 59-62, 2012.

JEBLI, M., JAMIN, F., PELISSOU, C., LHOPITAL, E., YOUSSOUFI, M. S. Characterization of the expansion due to the delayed ettringite formation at the cement

paste-aggregate interface. Construction and Building Materials, v. 289, p. 122979, 2021.

JUILLAND, P. Dissolution theory applied to the induction period in alite hydration. Cement and concrete research. v. 40, n. 6, p. 831–844, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.01.012">http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.01.012</a>>.

KATSIOTI, M., PATSIKAS, N., PIPILIKAKI, P., KATSIOTIS, N., MIKEDI, K., CHANIOTAKIS, M. Delayed ettringite formation (DEF) in mortars of white cement. Construction and Building Materials, v. 25, n. 2, p. 900-905, 2011.

KCHAKECH, B.; MARTIN, R. P.; OMIKRINE, M. O.; RENAUD, J. C.; BARON, L.; TOUTLEMONDE, F. Effect of temperature and curing duration of early heat treatments on the risk of expansion associated with delayed ettringite formation. In: Proceeding of 150 International Conference on Alkali Aggregate Reaction in Concrete – 15th ICAAR, Ed. Bernardes, H.; Hasparyk, N.P. São Paulo, 2016.

KELHAM, S. The effect of cement composition and fineness on expansion associated with delayed ettringite formation. Cement and Concrete composites, v. 18, n. 3, p. 171-179, 1996.

KELHAM, S., The effect of cement composition and fineness on expansion associated with delayed ettringite formation, Cem. Concr. Compos. 18, 171–179, 1996.

KONGSHAUG, S. S.; OSELAND, O.; KANSTAD, T.; HENDRIKS, M. A.; RODUM, E.; MARKESET, G. Experimental investigation of ASR-affected concrete–The influence of uniaxial loading on the evolution of mechanical properties, expansion and damage indices. Construction and Building Materials, v. 245, p. 118384, 2020.

LABORATOIRE CENTRAL DES PONTS ET CHAUSSÉES (LCPC), Guide technique - Recommendations for preventing disorders due to Delayed Ettringite Formation, Paris, 2009 (French version published in 2007).

LCPC. "Réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne", Techniques et méthodes des laboratoires des Ponts et Chaussées, méthode d'essai des lpc n° 66, Paris, 2007.

LCPC. "Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne", Techniques et Méthodes des laboratoires des ponts et chaussées Paris, 2007. (English version published in 2009)

LANGOSKI, M.; TIECHER, F.; OLIVEIRA, S.; HASPARYK, N. P. "Estudo da formação de etringita tardia (DEF) em laboratório, através de ensaios em argamassa" in: IBRACON (Ed.), 62º Congresso Brasileiro do Concreto, Florianópolis (Brazil), 2020.

LAWRENCE, C. D. Mortar expansions due to delayed ettringite formation. Effects of curing period and temperature. Cement and concrete research, v. 25, n. 4, p. 903-914, 1995.

LAWRENCE, C.D., DALZIEL, J.A., HOBBS, D.W., Sulphate attack arising from delayed ettringite formation, Interim Technical Note, 12, British Cement Association, Wexham Springs, Slough, U.K., May, 1990

LEKEM, S. A. F. Investigation of Delayed Ettringite Formation Damage Process Using Simultaneous Neutron and X-Ray Tomography. 2019. Tese de Doutorado. University of Maryland, College Park.

LEKLOU, N.; NGUYEN, V.H.; MOUNANGA, P. The effect of the partial cement substitution with fly ash on Delayed Ettringite Formation in heat-cured mortars. KSCE Journal of Civil Engineering, v. 21, n. 4, p. 1359-1366, 2017.

MA, K.; LONG, G.; XIE, Y. A real case of steam-cured concrete track slab premature deterioration due to ASR and DEF. Case studies in construction materials, v. 6, p. 63-71, 2017.

MALBOIS, M., NEDJAR, B., LAVAUD, S., ROSPARS, C., DIVET, L., TORRENTI, J. M. On DEF expansion modelling in concrete structures under variable hydric conditions. Construction and building materials, v. 207, p. 396-402, 2019.

MARTIN R.P.; BAZIN C.; TOUTLEMONDE, F. Alkali aggregate reaction and delayed ettringite formation: common features and differences. 14th International conference on alkali aggregate reaction ICAAR14, May 2012, France. 10 p, 2012

MARTIN, R. P.; SANCHEZ, L.; FOURNIER, B.; TOUTLEMONDE, F. Evaluation of different techniques for the diagnosis & prognosis of Internal Swelling Reaction (ISR) mechanisms in concrete. Construction and Building Materials, v. 156, p. 956-964, 2017.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Concreto: estrutura, propriedades e materiais. 2. ed. HASPARYK, N. P. (Ed.). São Paulo: IBRACON, 2014.

MELO, A. B. Influência da cura térmica (vapor) sob pressão atmosférica no desenvolvimento da microestrutura dos concretos de cimento Portland. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciência de Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação - Área de Interunidades – Ciência e Engenharia de Materiais, USP, São Paulo, 2000.

MELO, S. K. Estudo da formação da etringita tardia em concreto por calor de hidratação do cimento. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil, UFG, Goiânia, 2010.

MOHAMMADI, A.; GHIASVAND, E.; NILI, M. Relation between mechanical properties of concrete and alkali-silica reaction (ASR); a review. Construction and Building materials, v. 258, p. 119567, 2020.

MYURAN, K.; WANIGARATNE, N. S. A.; JAYASINGHE, M. T. R. Strategies for Prevention of Delayed Ettringite Formation in large Concrete Sections. Engineer: Journal of the Institution of Engineers, Sri Lanka, v. 48, n. 2, 2015.

NASCIMENTO, N. P. S. Diagnostic of concrete samples extracted from pile caps affected by Internal Swelling Reactions. 2020. 112p. Engineering Master's Thesis in Civil Engineering Graduate School, Catholic University of Pernambuco, Recife, Brazil

NEVILLE, A. M. Propriedades do concreto. 5.ª ed. Tradução: Ruy Alberto Cremonini. Porto Alegre: Bookman, 2016. 888p. ISBN 978-85-8260-365-9.

NGUYEN, V.; LEKLOU, N.; AUBERT, J.E.; MOUNANGA, P. The effect of natural pozzolan on delayed ettringite formation of the heat-cured mortars. Construction and Building Materials, v. 48, p. 479-484, 2013.

ODLER, I; CHEN, Y. Effect of cement composition on the expansion of heat-cured cement pastes. Cement and concrete research, v. 25, p.853-862, 1995.

OLIVEIRA, S.; OLIVEIRA, A. M.; HASPARYK, N. P. DEF Induction in the laboratory and effect os silica fume on the expansions of mortars. In: XVI CONPAT – Congreso Latinoamericano de patologia de la construccion, 2021

PAVOINE, A. DIVET, L. Réaction Sulfatique Interne au béton – Essai d'expansion résiduelle sur carotte de béton extraite de l'ouvrage. MELPC, ME 67, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 2009.

PAVOINE, A. Evaluation du potentiel de réactivité des bétons vis-àvis de laformation différée de l'ettringite, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2003.

PAVOINE, A., DIVET, L., FENOUILLET, S. A concrete performance test for delayed ettringite formation: Part I optimisation. Cement and Concrete Research, 36(12), 2138-2143, 2006.

PAVOINE, A.; BRUNETAUD, X.; DIVET, L. The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation. Cement and Concrete Composites, v. 34, n. 4, p. 521-528, 2012.

PICHELIN, A., CARCASSES, M., CASSAGNABÈRE, F., MULTON, S., NAHAS, G. Sustainability, transfer and containment properties of concrete subject to delayed ettringite formation (DEF). Cement and Concrete Composites, v. 113, p. 103738, 2020.

PORTELLA, K. F., HASPARYK, N. P., BRAGANÇA, M. D. O. G. P., BRONHOLO, J. L., DIAS, B. G., LAGOEIRO, L. E.. Multiple techniques of microstructural characterization of DEF: Case of study with high early strength Portland cement composites. Construction and Building Materials, v. 311, p. 125341, 2021.

RAMLOCHAN, T., ZACARIAS, P., THOMAS, M. D. A., HOOTON, R. D. The effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature: Part I: Expansive behaviour. Cement and Concrete Research, v. 33, n. 6, p. 807-814, 2003.

RASHIDI, M., PAUL, A., KIM, J. Y., JACOBS, L. J., KURTIS, K. E. Insights into delayed ettringite formation damage through acoustic nonlinearity. Cement and Concrete Research, v. 95, p. 1-8, 2017.

SAHU, S.; THAULOW, N. Delayed ettringite formation in Swedish concrete railroad ties. Cement and concrete research, v. 34, p.1675-1681, 2004.

SANCHEZ, L. F. M., DRIMALAS, T., FOURNIER, B., MITCHELL, D., BASTIEN, J. Comprehensive damage assessment in concrete affected by different internal swelling reaction (ISR) mechanisms. Cement and Concrete Research, v. 107, p. 284-303, 2018.

SANCHEZ, L. F. M.; DRIMALAS, T.; FOURNIER, B. Assessing condition of concrete affected by internal swelling reactions (ISR) through the Damage Rating Index (DRI). Cement, v. 1, p. 100001, 2020.

SANCHEZ, L. F. M.; FOURNIER, B.; JOLIN, M.; BASTIEN, J. Evaluation of the Stiffness Damage Test (SDT) as a tool for assessing damage in concrete due to alkalisilica reaction (ASR): Input parameters and variability of the test responses. Construction and building Materials, v. 77, p. 20-32, 2015.

SANCHEZ, L. F. M.; FOURNIER, B.; JOLIN, M.; MITCHELL, D.; BASTIEN, J. Overall assessment of Alkali-Aggregate Reaction (AAR) in concretes presenting different

strengths and incorporating a wide range of reactive aggregate types and natures. Cement and Concrete Research, v. 93, p. 17-31, 2017.

SANCHEZ, L.F.M.; TERRA, M. Using machine learning for condition assessment of concrete infrastructure. Concrete International, v. 41, n. 11, p. 35-39, 2019.

SCHOVANZ, D. Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em concretos com cimento portland pozolânico e de alta resistência. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil da Faculdade Meridional - IMED, Passo Fundo, 2019.

SCHOVANZ, D., TIECHER, F., HASPARYK, N. P., KUPERMAN, S. C. "Influência da formação da etringita tardia (DEF) na microestrutura e propriedades mecânicas do concreto" in: IBRACON (Ed.), 61º Congresso Brasileiro do Concreto, Fortaleza (Brazil), 2019.

SCHOVANZ, D., TIECHER, F., HASPARYK, N. P., KUPERMAN, S., LERMEN, R. T. Evaluation of Delayed Ettringite Formation through Physical, Mechanical, and Microstructural Assays. ACI Materials Journal, v. 118, n. 1, p. 101-109, 2021.

SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESEN, P. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. Interface science, v. 12, n. 4, p. 411-421, 2004.

SCRIVENER, K. L.; DAMIDOT, Denis; FAMY, C. Possible mechanisms of expansion of concrete exposed to elevated temperatures during curing (also known as DEF) and implications for avoidance of field problems. Cement, Concrete and Aggregates, v. 21, n. 1, p. 93-101, 1999.

SHIMADA, Y.; JOHANSEN, V.; MILLER, F. AND MASON, T. Chemical Path of Ettringite Formation in HeatCured Mortar and Its Relationship to Expansion: A Literature Review. Portland Cement Association. pp. 1-7, 2005.

SIEDEL, H.; HEMPEL, S.; HEMPEL, R. Secondary ettringite formation in heat treated Portland cement concrete: influence of different w/c ratios and heat treatment temperatures. Cement and Concrete Research, v. 23, n. 2, p. 453-461, 1993.

SILVA, A. S.; GONÇALVES, A. F.; PIPA, M. Diagnosis and prognosis of Portuguese concrete railway sleepers degradation–a combination of ASR and DEF. In: 13th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete. Trondheim, Norway, p. 1240-1249, 2008.

SILVA, A. S.; RIBEIRO, A. B.; DIVET, L. Prevention of internal sulphate reaction in concrete. Long-term results of the effect of mineral additions. In: Proceeding of 16° International Conference on Alkali Aggregate Reaction in Concrete – 16th ICAAR, Lisboa, 2021.

SILVA, D. L.; FONSECA, J. M. M.; BENTO, A. J.; MONTEIRO, E. C. B. Considerações sobre a formação de etringita tardia (DEF). Construindo, vol 9. nº 2: 36-46, 2018.

SOUZA, D. J.; SANCHEZ, L. F. M.; DE GRAZIA, M. T. Evaluation of a direct shear test setup to quantify AAR-induced expansion and damage in concrete. Construction and Building Materials, v. 229, p. 116806, 2019.

TAYLOR, H. F. W. Cement chemistry. London: Thomas Telford Publishing, 1997.

TAYLOR, H.F.W.; FAMY, C.; SCRIVENER, K.L. Delayed ettringite formation. Cement and Concrete Research, v. 31, p. 683-693, 2001.

THIEBAUT, Y.; MULTON. S.; SELLIER, A.; LACARRIÈRE, L.; BOUTILLON, L.; BELILI, D.; LINGER, L.; CUSSIGH, F.; HADJI, S.. Effects of stress on concrete expansion due to delayed ettringite formation. Construction and Building Materials. V. 183, p. 626-641, 2018.

THOMAS, M.; FOLLIARD, K.; DRIMALAS, T.; RAMLOCHAN, T. Diagnosing delayed ettringite formation in concrete structures. Cement and Concrete Research. v. 38, p. 841 - 847, 2008.

THOMAZ, E. Trincas em edifício: Causas, prevenção e recuperação. 1ª ed. São Paulo, Pini, 1989.

TIECHER, F., LANGOSKI, M., HASPARYK, N. Behavior of mortars with different types of cement when induced to Delayed Ettringite Formation (DEF). Revista ALCONPAT, v. 11, n. 3, p. 1-16, 2021.

TORRES, I. F.; ANDRADE, T. Análise de risco da formação de etringita tardia em blocos de fundação na Região Metropolitana de Recife/PE-Brasil. RIEM - IBRACON Structures and Materials Journal, v. 9, n. 3, 2016.

TOSUN, H. Effect of SO3 content and fineness on the rate of delayed ettringite formation in heat cured Portland cement mortars. Cement and Concrete Composites, v. 28, p. 761-772, 2006.

VILLENEUVE, V. Détermination de l'endommagement du béton par méthode pétrographique quantitative. 2011. Tese de Doutorado. Université Laval.

WANG, X., PAN, Z., SHEN, X., LIU, W. Stability and decomposition mechanism of ettringite in presence of ammonium sulfate solution. Construction and Building Materials, v. 124, p. 786-793, 2016.

WANG, Y., JIRADILOK, P., NAGAI, K., ASAMOTO, S. A mesoscale discrete model for mechanical performance of concrete damaged by coupled ASR and DEF. Engineering Fracture Mechanics, v. 232, p. 107055, 2020.

YAMMINE, A., LEKLOU, N., CHOINSKA, M., BIGNONNET, F., MECHLING, J. M. DEF damage in heat cured mortars made of recycled concrete sand aggregate. Construction and Building Materials, v. 252, p. 119059, 2020.

YANG, R.; LAWRENCE, C. D.; SHARP, J. H. Delayed ettringite formation in 4-year old cement pastes. Cement and concrete research, v. 26, n. 11, p. 1649-1659, 1996.

ZAHEDI, A.; TROTTIER, C.; SANCHEZ, L.; NOËL, M. Evaluation of the induced mechanical deterioration of alkali-silica reaction affected concrete under distinct confinement conditions through the Stiffness Damage Test. Cement and Concrete Composites, v. 126, p. 104343, 2021.

ZHANG, Y.; PAN, Y.; ZHANG, D. A literature review on delayed ettringite formation: mechanism, affect factors and suppressing methods. Magazine of Concrete Research, v. 73, n. 7, p. 325-342, 2021.

ZHANG, Z., WANG, Q., CHEN, H., ZHOU, Y. Influence of the initial moist curing time on the sulfate attack resistance of concretes with different binders. Construction and Building Materials, v. 144, p. 541-551, 2017. ZHANG, Z.; OLEK, J.; DIAMOND, S. Studies on delayed ettringite formation in earlyage, heat cured mortars: Expansion measurements, changes in dynamic modulus of elasticity, and weight gains. Cement and concrete research, v. 32, p. 1729-1736, 2002.

# **APÊNDICE A**

A distribuição granulométrica do agregado miúdo está exposta no Quadro A1 e na Figura A1.

Peneiras Utilizadas		1. determinação		2. determinação		Porcentagem	Porcentagem	Limites NBR 7211 (% Retida Acumulada)	
Pol. ou número	Abertura (mm)	massa retida (g)	% retida indiv.	massa retida (g)	% retida indiv.	retida individual retida (média) acumulada		Limites o	la Zona:
	()			101111 (8)				Utilizável	Ótima
3/8''	9,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0	0 - 0	0 - 0
1/4"	6,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0	0 - 7	0 - 0
4	4,75	0,5	0,1	1,1	0,2	0,2	0	0 - 10	0 - 5
8	2,34	89 <i>,</i> 5	17,0	97,7	18,4	17,7	18	0 - 25	10 - 20
16	1,18	124,4	23,7	128,5	24,2	24,0	42	5 - 50	20 - 30
30	0,6	83,7	15,9	80,1	15,1	15,5	57	15 - 70	35 - 55
50	0,3	62,5	11,9	60,4	11,4	11,7	69	50 - 95	65 - 85
100	0,15	56,6	10,8	51,6	9,7	10,3	79	85 - 100	90 - 95
Func	do (g)	108,4	20,6	112,6	21,2	20,9	100	Dmáx (mm)	
Massa	Massa Total (g)		525,6		2,0	Módulo de Finura: 2,65		4,75	
Teor de material pulverulento do agregado miúdo: <b>14.88%</b>		88%							

Quadro A1: Dados caraterísticos da granulometria do agregado miúdo.

Figura A1: Distribuição granulométrica do agregado miúdo.



# **APÊNDICE B**

A distribuição granulométrica do agregado miúdo está exposta no Quadro B1 e na Figura B1.

* Zona gra	Zona granulométrica correspondente à menor (d) e à maior (D) dimensões do agregado graúdo.										
Per	neiras	1.	determina	ção	2.	determina	ção				
n°	Abertura	massa retida (g)	% retida indiv.	% ret. acumulada	massa retida (g)	% retida indiv.	% ret. acumulada	% ret. Acum. Médio	L %	imites NBR (d/D* : 9,5 retida acur	: 7211 /25) mulada
1''	25,4 mm	0,0	0,0	0	0,0	0,0	0	0	0	-	5
3/4''	19 mm	80,0	1,1	1	70,0	0,9	1	1	2	-	<u>15</u>
1/2''	12,5 mm	4150,0	56,7	58	4415,0	57,9	59	58	<u>40</u>	-	<u>65</u>
3/8''	9,5 mm	1865,0	25,5	83	1800,0	23,6	82	83	80	-	100
1/4''	6,3 mm	1005,0	13,7	97	1090,0	14,3	97	97	92	-	100
3/16''	4,75 mm	30,0	0,4	97	30,0	0,4	97	97	95	-	100
Fun	do (g)	195,0	2,7	100	225,0	2,9	100	100	0		
8	2,34 mm	0,0	0,0	100	0,0	0,0	100	100	Granula	55.: Em cac mótrico do	ia zona
16	1,18 mm	0,0	0,0	100	0,0	0,0	100	100	granulo	metrica de	
30	600 µm	0,0	0,0	100	0,0	0,0	100	100		içao de no	
50	300 µm	0,0	0,0	100	0,0	0,0	100	100	unidades	imitas subl	inhadası assa
100	150 µm	0,0	0,0	100	0,0	0,0	100	100	um dos limites sublinhados; essa		
Fun	do (g)	0,0	0,0	100	0,0	0,0	100	100	VariaÇa	io pode tai	rios dossos
Massa	Total (g)		7325,0			7630,0			aistribuida em varios desses		
Mód. de finura		6,82			6,80			-		infiltes	•
Módulo de finuta médio <b>6,81</b>											

Quadro B1: Dados caraterísticos da granulometria do agregado graúdo.



Abertura das Peneiras (mm)

### **APÊNDICE C**

A variação dimensional dos prismas foi verificada conforme proposto no programa experimental, na Tabela C1 e C2 são apresentadas as medidas individuais e médias dos prismas de concretos com o CP IV-32 RS e CP V-ARI, respectivamente.

	Tabela C1 – Expansões dos prismas de concreto CP IV-32 RS											
Idades			EXPA	NSÕES (	CP IV-32 R	S						
(dias)	EXP1	EXP2	EXP3	EXP4	EXP5	EXP-M	Desvio					
28	-	-	-	-	-	-	-					
35	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,003					
42	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,003					
49	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,003					
56	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,003					
63	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,003					
70	0,01	0,00	0,00	0,02	0,01	0,01	0,004					
77	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,006					
84	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,006					
91	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,006					
98	0,01	0,01	0,01	0,03	0,01	0,01	0,007					
112	0,01	0,01	0,01	0,03	0,01	0,02	0,007					
126	0,01	0,01	0,02	0,03	0,01	0,02	0,006					
140	0,02	0,01	0,02	0,03	0,01	0,02	0,006					
154	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,005					
168	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,005					
182	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,005					
196	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,005					
224	0,02	0,02	0,02	0,04	0,02	0,03	0,005					
252	0,03	0,03	0,03	0,04	0,02	0,03	0,005					
280	0,04	0,03	0,04	0,04	0,03	0,04	0,005					
308	0,05	0,04	0,06	0,05	0,04	0,05	0,006					
336	0,06	0,05	0,06	0,06	0,05	0,05	0,004					
364	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,003					
392	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,002					

Idades			EXP	ANSÕES	CP V-AR							
(dias)	EXP1	EXP2	EXP3	EXP4	EXP5	EXP-M	Desvio					
28	-	-	-	-	-	-	-					
35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,002					
42	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,002					
49	0,02	0,01	0,02	0,01	0,01	0,01	0,004					
56	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01	0,02	0,006					
63	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01	0,02	0,005					
70	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02	0,005					
77	0,03	0,02	0,04	0,02	0,02	0,03	0,006					
84	0,03	0,02	0,04	0,02	0,03	0,03	0,007					
91	0,03	0,02	0,04	0,02	0,03	0,03	0,006					
98	0,03	0,03	0,04	0,03	0,03	0,03	0,005					
112	0,04	0,03	0,04	0,03	0,03	0,03	0,004					
126	0,04	0,03	0,05	0,04	0,03	0,04	0,007					
140	0,04	0,03	0,06	0,04	0,04	0,04	0,009					
154	0,04	0,04	0,06	0,05	0,04	0,05	0,009					
168	0,05	0,04	0,07	0,06	0,04	0,05	0,010					
182	0,05	0,04	0,07	0,06	0,05	0,05	0,011					
196	0,05	0,04	0,08	0,06	0,05	0,05	0,012					
224	0,05	0,04	0,08	0,06	0,05	0,06	0,011					
252	0,06	0,05	0,08	0,06	0,05	0,06	0,011					
280	0,07	0,06	0,08	0,06	0,06	0,07	0,010					
308	0,08	0,06	0,09	0,08	0,07	0,08	0,010					
336	0,08	0,07	0,10	0,08	0,07	0,08	0,010					
364	0,08	0,08	0,10	0,08	0,08	0,08	0,009					
392	0,09	0,08	0,10	0,08	0,08	0,09	0,009					

Tabela C2 – Expansões dos prismas de concreto CP V-ARI

### **APÊNDICE D**

Nas tabelas D1 e D2 são expostos os resultados individuais, média e desvio padrão do ensaio de variação de massa dos prismas de concreto com o CP IV-32 RS e CP V-ARI, respectivamente.

Tabela D1 – Variação de massa dos prismas de concreto CP IV-32 RS											
Idades			Variação	de mass	a CP IV-3	2 RS					
(dias)	V1	V2	V3	V4	V5	V-M	Desvio				
28	-	-	-	-	-	-	-				
35	0,21	0,16	0,16	0,17	0,12	0,17	0,030				
42	0,21	0,23	0,19	0,19	0,18	0,20	0,017				
49	0,24	0,26	0,22	0,24	0,19	0,23	0,022				
56	0,25	0,26	0,24	0,27	0,24	0,25	0,011				
63	0,30	0,29	0,27	0,28	0,26	0,28	0,014				
70	0,30	0,30	0,27	0,29	0,26	0,28	0,017				
77	0,30	0,29	0,30	0,30	0,27	0,29	0,013				
84	0,31	0,30	0,30	0,31	0,28	0,30	0,010				
91	0,31	0,30	0,29	0,31	0,28	0,30	0,013				
98	0,33	0,32	0,31	0,33	0,29	0,32	0,014				
112	0,33	0,33	0,32	0,33	0,30	0,32	0,012				
126	0,34	0,34	0,32	0,34	0,31	0,33	0,011				
140	0,37	0,38	0,34	0,35	0,33	0,35	0,019				
154	0,36	0,35	0,37	0,37	0,32	0,36	0,020				
168	0,39	0,40	0,36	0,39	0,35	0,38	0,018				
182	0,38	0,38	0,37	0,39	0,38	0,38	0,005				
196	0,42	0,42	0,40	0,42	0,38	0,41	0,018				
224	0,45	0,45	0,43	0,45	0,41	0,44	0,017				
252	0,47	0,45	0,44	0,47	0,44	0,45	0,016				
280	0,52	0,52	0,51	0,52	0,48	0,51	0,017				
308	0,49	0,49	0,48	0,47	0,45	0,47	0,015				
336	0,55	0,54	0,53	0,55	0,52	0,54	0,013				
364	0,67	0,70	0,64	0,67	0,67	0,67	0,017				
392	0,65	0,64	0,59	0,61	0,65	0,63	0,024				

Idades		Variação de massa CP V-ARI										
(dias)	V1	V2	V3	V4	V5	V-M	Desvio					
28	-	-	-	-	-	-	-					
35	0,12	0,12	0,17	0,14	0,14	0,14	0,017					
42	0,14	0,16	0,20	0,19	0,20	0,18	0,023					
49	0,20	0,22	0,28	0,26	0,27	0,25	0,030					
56	0,28	0,28	0,36	0,35	0,35	0,32	0,037					
63	0,34	0,33	0,42	0,40	0,41	0,38	0,038					
70	0,41	0,42	0,52	0,49	0,50	0,47	0,046					
77	0,47	0,47	0,58	0,55	0,57	0,53	0,049					
84	0,52	0,54	0,65	0,61	0,65	0,59	0,053					
91	0,58	0,57	0,70	0,68	0,71	0,65	0,059					
98	0,67	0,66	0,79	0,77	0,80	0,74	0,061					
112	0,75	0,75	0,88	0,86	0,90	0,83	0,064					
126	0,83	0,85	0,97	0,96	0,99	0,92	0,066					
140	0,91	0,92	1,03	1,02	1,08	0,99	0,066					
154	0,96	0,95	1,08	1,08	1,13	1,04	0,072					
168	1,03	1,04	1,17	1,14	1,16	1,11	0,062					
182	1,06	1,08	1,21	1,18	1,24	1,15	0,072					
196	1,10	1,10	1,23	1,20	1,27	1,18	0,072					
224	1,17	1,17	1,32	1,28	1,35	1,26	0,073					
252	1,22	1,22	1,38	1,34	1,39	1,31	0,075					
280	1,28	1,30	1,41	1,37	1,46	1,36	0,067					
308	1,26	1,25	1,41	1,37	1,42	1,34	0,072					
336	1,30	1,30	1,47	1,41	1,48	1,39	0,078					
364	1,45	1,46	1,64	1,57	1,65	1,55	0,085					
392	1,40	1,41	1,59	1,49	1,61	1,50	0,087					

Tabela D2 – Variação de massa dos prismas de concreto CP V-ARI

# APÊNDICE E

Os resultados individuais, médias e desvios padrão dos ensaios de resistência à compressão dos concretos CP IV-32 RS e CP V-ARI estão apresentados nas Tabelas E1 e E2, respectivamente.

Tabela E2 – Resultados de resistência à compressão CP IV-32 RS									
	Idade (dias)								
	28	56	112	180	270	365			
CP1	34,13	35,28	36,23	41,47	40,83	38,58			
CP2	30,77	32,01	39,15	39,93	38,11	38,36			
CP3	29,67	33,22	35,74	38,87	37,47	39,26			
CP4	28,13	35,76	37,44	42,49	35,66	37,7			
Média	30,68	34,07	37,14	40,69	38,02	38,48			
Desvio Padrão	2,204	1,524	1,315	1,391	1,856	0,557			

Tabela E	Tabela E2 – Resultados de resistência à compressão CP V-ARI										
	Idade (dias)										
	28	56	112	180	270	365					
CP1	23,34	36,85	32,37	40,37	39,77	36,98					
CP2	24,68	31,51	38,73	42,49	36,74	37,44					
CP3	29,67	35,11	39,93	39,02	38,69	39,47					
CP4	27,07	33,46	29,58	40,87	38,96	36,94					
Média	26,19	34,23	35,15	40,69	38,54	37,71					
Desvio Padrão	2,413	1,977	4,313	1,241	1,113	1,036					

### **APÊNDICE F**

As Tabelas F1 e F2 apresentam os resultados individuais, médias e desvio padrão do ensaio de resistência à tração diametral dos concretos moldados com CP IV-32 RS e CP V-ARI, respectivamente.

Tabela F1 – Resultados de resistência à tração CP IV-32 RS										
CP IV-32 RS	Idade (dias)									
	28	56	112	180	270	365				
CP1	2,83	2,79	3,38	3,54	3,88	3,80				
CP2	2,41	3,56	3,89	3,68	4,16	3,84				
CP3	3,64	3,18	3,41	3,73	2,74	3,94				
Média	2,96	3,18	3,56	3,65	3,59	3,86				
Desvio Padrão	0,510	0,317	0,232	0,081	0,614	0,061				

Tabela F2 – Resultados de resistência à tração CP V-ARI										
CP V-ARI	Idade (dias)									
	28	56	112	180	270	365				
CP1	2,62	2,89	3,11	3,24	2,01	2,43				
CP2	2,71	3,44	2,97	2,99	3,09	2,37				
CP3	2,25	2,78	2,70	2,98	2,33	2,50				
Média	2,53	3,03	2,93	3,07	2,48	2,43				
Desvio Padrão	0,198	0,289	0,169	0,118	0,454	0,051				

# **APÊNDICE G**

Os resultados individuais, médias e desvios padrão dos ensaios de módulo de elasticidade estático dos concretos CP IV-32 RS e CP V-ARI estão apresentados nas Tabelas G1 e G2, respectivamente.

Tabela G1 – Resultados do módulo de elasticidade estático CP IV-32 RS									
CP IV-32 RS	Idade (dias)								
	28	56	112	180	270	365			
CP1	24,00	20,90	22,00	21,99	21,56	22,78			
CP2	21,90	20,20	20,80	21,86	23,80	21,63			
CP3	19,80	21,30	21,30	24,20	20,03	22,06			
Média	21,90	20,80	21,37	22,68	21,80	22,16			
Desvio Padrão	1,715	0,455	0,492	1,074	1,548	0,474			

Tabela G2 – Resultados do módulo de elasticidade estático CP V-ARI									
CP V-ARI	Idade (dias)								
	28	56	112	180	270	365			
CP1	18,20	18,70	19,60	21,51	20,50	15,96			
CP2	19,80	19,00	23,00	18,82	21,77	21,06			
CP3	20,90	19,00	17,40	20,98	19,89	21,34			
Média	19,63	18,90	20,00	20,44	20,72	19,45			
Desvio Padrão	1,109	0,141	2,304	1,163	0,783	2,473			

#### APÊNDICE H

Os resultados individuais e médias dos índices de dano de rigidez (SDI) e dos índices de deformação Plástica (PDI) obtidos nas quatro idades de ensaio dos concretos com CP IV-32 RS e CP V-ARI, estão apresentados nas Tabelas H1, H2, H3 e H4.

Tabela H1 – F	Resultados do índio	e de dano d	de rigidez (	SDI) para o	o concreto co	m Cl
			Idade	(dias)		
		28	180	270	365	
	CP1	0,34	0,32	0,34	0,32	
	CP2	0,30	0,32	0,36	0,37	
	Média	0,32	0,32	0,35	0,34	

Tabela H2 - Resultados do índice de deformação Plástica (PDI) para o concreto com CP V-ARI

CP V-ARI	Idade (dias)					
	28	180	270	365		
CP1	0,15	0,21	0,20	0,13		
CP2	0,12	0,21	0,22	0,20		
Média	0,14	0,21	0,21	0,17		

Tabela H3 – Resultados do índice de dano de rigidez	ez (SDI) para o concreto com CP IV-32 RS
---	--

CP V-ARI	Idade (dias)					
	28	180	270	365		
CP1	0,24	0,24	0,32	0,28		
CP2	0,24	0,22	0,26	0,24		
Média	0,24	0,23	0,29	0,26		

Tabela H4 - Resultados do índice de deformação Plástica (PDI) para o concreto com CP IV-32 RS

CP V-ARI	ldade (dias)					
	28	180	270	365		
CP1	0,11	0,12	0,11	0,23		
CP2	0,06	0,02	0,07	0,05		
Média	0,09	0,07	0,09	0,14		

# **APÊNDICE I**

Os resultados individuais das características de dano verificadas aos 12 meses nos concretos CP IV-32 RS e CP V-ARI, assim como os fatores de correção estão apresentados nas Tabelas I1 e I2.

Tabela I1 – Características de dano do concreto CP IV-32 RS aos 12 meses							
Característica de Dano	FC	n°	Total	100 cm²	%		
CCA	0,25	384	96	76	28%		
OCA	2	68	136	108	40%		
OCAG	2	11	22	17	6%		
CAD	3	0	0	0	0%		
DAP	2	0	0	0	0%		
ССР	3	27	81	64	24%		
CCPG	3	3	9	7	3%		
			344	273	100%		

Tabela I2 – Características de dano do concreto CP V-ARI aos 12 meses								
Característica de Dano	FC	n°	Total	100 cm²	%			
CCA	0,25	348	87	81	24%			
OCA	2	56	112	104	31%			
OCAG	2	11	22	20	6%			
CAD	3	0	0	0	0%			
DAP	2	0	0	0	0%			
CCP	3	41	123	114	34%			
CCPG	3	7	21	19	6%			
			365	338	100%			

Tabela I2 – Características de dano do concreto CP V-ARI aos 12 meses

# **ANEXO 1**

	Tabela A1: Observações das inspeções visuais dos concretos ao longo do tempo									
ldade (dias)	Sina lixivi	is de ação	Elem brancos dos p	entos s dentro poros	Elementos brancos na pasta cimentícia		Elementos brancos na zona de transição pasta / agregado		Fissuras na superfície do CP	
	CP V	CP IV	CP V	CP IV	CP V	CP IV	CP V	CP IV	CP V	CP IV
1										
28										
56	Х	X								
84	Х	X	Х							
112	Х	X	Х							
140	Х	X	Х							
168	Х	X	Х							
196	Х	X	Х	Х	Х					
224	Х	X	Х	Х	Х					
252	Х	Х	Х	Х	Х					
280	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х			
308	Х	X	Х	Х	Х	Х	Х			
336	Х	X	Х	Х	Х	Х	Х			
364	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х		