



*Universidade Federal da Paraíba*

*Centro de Tecnologia*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E**

**AMBIENTAL**

**- MESTRADO -**

**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE CONCRETOS  
ESTRUTURAIS ANTIGOS DE BARRAGEM: ESTUDO DE CASO DA  
HIDRELÉTRICA DE PAULO AFONSO IV - PA IV**

*Por*

***Glauco Fonsêca Henriques***

*Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Federal da Paraíba  
para obtenção do grau de Mestre*

**João Pessoa – Paraíba**

**Setembro de 2022**



*Universidade Federal da Paraíba*

*Centro de Tecnologia*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E**

**AMBIENTAL**

**– MESTRADO –**

**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE CONCRETOS  
ESTRUTURAIS ANTIGOS DE BARRAGEM: ESTUDO DE CASO DA  
HIDRELÉTRICA DE PAULO AFONSO IV - PA IV**

Dissertação submetida ao Programa de  
Pós-Graduação em Engenharia Civil e  
Ambiental da Universidade Federal da  
Paraíba, como parte dos requisitos para  
a obtenção do título de Mestre.

**Glauco Fonsêca Henriques**

**Orientador: Prof. Dr. Sandro Marden Torres**

**João Pessoa – Paraíba**

**Setembro de 2022**

**Catálogo na publicação**  
**Seção de Catalogação e Classificação**

H519c Henriques, Glauco Fonsêca.

Caracterização da microestrutura de concretos estruturais antigos de barragem : estudo de caso da hidrelétrica de Paulo Afonso IV - PA IV / Glauco Fonsêca Henriques. - João Pessoa, 2022.  
92 f. : il.

Orientação: Sandro Marden Torres.  
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Concreto. 2. Testemunhos de concreto. 3. Manifestação patológica. 4. Reação álcali-sílica. 5. Etringita. 6. Complexo Paulo Afonso. I. Torres, Sandro Marden. II. Título.

UFPB/BC

CDU 691.32(043)


***“CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE CONCRETOS ESTRUTURAIS ANTIGOS DE BARRAGEM: ESTUDO DE CASO DA HIDRELÉTRICA DE PAULO AFONSO IV - PA IV”***

**GLAUCO FONSÊCA HENRIQUES**  
Dissertação aprovada em 30 de setembro de 2022


**Período Letivo: 2022.2**



**Prof. Dr. Sandro Marden Torres – UFPB**  
**Orientador**

Documento assinado digitalmente  
 RENNIO FELIX DE SENA  
Data: 17/11/2022 18:56:46-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

**Prof. Dr. Rennio Felix de Sena – UFPB**  
**Examinador Interno**

Documento assinado digitalmente  
 ROMUALDO RODRIGUES MENEZES  
Data: 17/11/2022 17:52:41-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

**Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes – UFCG**  
**Examinador Externo**

**João Pessoa/PB**  
**2022**



Dedico à Deus, meus pais, família, amigos e todos que me ajudaram e me deram força para continuar.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus, não por desviar meu caminho das dificuldades e obstáculos da vida, e sim por me dar força, discernimento e empenho para poder superá-los e aproveitar ao máximo as oportunidades e aprendizado que surgiram durante o mestrado.

Agradeço secundamente aos meus pais e à minha família, por sempre me apoiarem e me proporcionarem as melhores condições para que eu pudesse alavancar meus estudos e conhecimento, por mais complicada que fosse a situação financeira que nos encontrássemos.

Agradeço também aos professores, técnicos e demais funcionários do LABEME-UEPB que me acompanharam nessa jornada de aprendizagem. Gostaria de agradecer a Prof. Alessandro, Prof. Antônio Leal, Prof. Marçal, Prof. Bruno, Prof. Rodinei, Elson, Isaque, Sebastião, Delby, Serginho, João e a todos os outros. Em especial, gostaria de agradecer a meu professor orientador, Sandro Marden Torres, por dar o máximo de suporte para realização desta pesquisa, além dos exemplos de honestidade, caráter e responsabilidade com a vida.

Por fim, e não menos importante, quero reconhecer a grande contribuição que meus amigos fizeram no meu desenvolvimento científico, persistência e motivação na pesquisa. Gostaria de agradecer a Lucas, Jennef, Palloma, Diego, Wesley, Nelly, Thayse, Rafael, Jaqueline, Fabio e a todos os outros. Por mais complexo que seja uma pós-graduação em engenharia, sempre ficará na lembrança os momentos de alegria, descontração e estudo que as diversas reuniões em grupo, confraternizações e cafezinhos na pracinha do CT trouxeram para nossa vida. Em especial, quero agradecer a minhas parceiras Nayla e Damares por serem incríveis na perseverança, dedicação e empenho com o mestrado (quase como uma dupla de super-heroínas), além de estarmos, desde o começo, aprendendo e crescendo juntos nos estudos microestruturais de materiais cimentícios.

## RESUMO

Dentre os diversos materiais da construção, o concreto destaca-se como o mais utilizado em todo o mundo. Historicamente, dentre os principais tipos de obras com uso de concreto, sobressaem-se as estruturas hidráulicas, como barragens e hidrelétricas. A durabilidade e desempenho do concreto nessas obras é afetado pelo acúmulo de dano induzido pelo carregamento externo em conjunto com efeitos ambientais, tais como desgaste de superfície, lixiviação de cálcio, ataque de sulfato, reações álcali-agregado (RAA), corrosão do aço, etc. Vários estudos sobre a capacidade do concreto para resistir à deterioração foram realizados em condições laboratoriais padronizadas, no entanto se torna complexo comparar seus resultados com o desempenho do concreto de campo, visto que os períodos de tempo dessas pesquisas são curtos em comparação à vida útil de obras hidráulicas. Dessa forma, no intuito de analisar e caracterizar antigos concretos retirados da barragem de Paulo Afonso IV (PA IV), o objetivo deste trabalho é avaliar a microestrutura dos testemunhos da barragem por meio de microscopias (MEV), espectroscopias (EDS), análises de zoneamento superficiais (MAZE) e difrações de raios X (DRX) comparativas, destacando fases, composições, produtos encontrados, diferenças em relação à profundidade de extração, etc. Foram analisadas cinco amostras de três furos de extração diferentes da barragem PA IV, estes com no mínimo 40 anos de existência. Os resultados e discussões microestruturais mostram a presença de fases agregado alcalinas, matriz cimentícia com cálcio aluminatos e cálcio silicatos diversificados, fissuração e poros de variados tamanhos, além de regiões de concentração de etringita e fases de gel de RAA.

**PALAVRAS-CHAVE:** Complexo Paulo Afonso, testemunhos de concreto, manifestação patológica, reação álcali-sílica, etringita.

## **ABSTRACT**

Among the various construction materials, concrete stands out as the most used worldwide. Historically, among the main types of works using concrete, stand out hydraulic structures such as dams and hydroelectric plants. The durability and performance of concrete in these works is affected by the accumulation of damage induced by external charging in conjunction with environmental effects, such as surface erosion, calcium leaching, sulfate attack, alkali-aggregate reactions, steel corrosion, etc. Several studies on the ability of concrete to resist deterioration have been conducted under standardized laboratory conditions, but it is complex to compare their results with the performance of field concrete, since the time periods of these studies are short compared to the lifetime of hydraulic works. Thus, in order to analyze and characterize old concrete taken from the Paulo Afonso IV (PA IV) dam, the objective of this work is to evaluate the microstructure of the dam's drilled cores by microscopy (SEM), spectroscopy (EDS), surface zoning analysis (MAZE) and comparative x-ray diffraction (XRD), highlighting phases, compositions, products found, differences in relation to the depth of extraction, etc. Five samples from three different extraction holes from PA IV dam were analyzed, these at least 40 years old. The microstructural results and discussions show the presence of alkaline aggregate phases, a cement matrix with diversified calcium aluminates and calcium silicates, cracking and pores of various sizes, and regions of ettringite concentration.

**KEYWORDS:** CHESF, Paulo Afonso complex, concrete drilled cores, pathological manifestation, alkali-silica reaction, ettringite.

## SUMÁRIO

**RESUMO**

**ABSTRACT**

**LISTA DE FIGURAS**

**LISTA DE TABELAS**

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>	<b>16</b>
2.1	CONCRETO.....	16
2.1.1	<i>Formação, microestrutura e principais componentes.....</i>	<i>17</i>
2.1.2	<i>Manifestações patológicas em concretos de barragens.....</i>	<i>18</i>
2.1.2.1	Reação Álcali-Agregado (RAA) .....	19
2.2	ENSAIOS MICROESTRUTURAIS.....	22
2.2.1	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV): .....</i>	<i>22</i>
2.2.2	<i>Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS): .....</i>	<i>23</i>
2.2.3	<i>Multi-Analysis Zonning Expert (MAZE): .....</i>	<i>24</i>
2.2.4	<i>Difração de Raios X (DRX):.....</i>	<i>24</i>
2.3	REVISÃO SISTEMÁTICA: ANÁLISES MICROESTRUTURAIS EM CONCRETOS DE BARRAGENS .....	25
<b>3</b>	<b>CARACTERÍSTICAS DA ÁREA DE ESTUDO .....</b>	<b>28</b>
3.1	USINA HIDRELÉTRICA DE PAULO AFONSO IV (PA IV).....	28
3.2	REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO NO CONCRETO DA PA IV .....	30
3.3	MATERIAIS E PROPRIEDADES DOS CONCRETOS DA USINA PA IV.....	30
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>33</b>
4.1	CATALOGAÇÃO DOS TESTEMUNHOS .....	33
4.2	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA AS MICROSCOPIAS E ESPECTROSCOPIAS .....	37
4.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) .....	39
4.4	ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS) .....	40
4.5	MULTI-ANALYSIS ZONNING EXPERT (MAZE) .....	41
4.6	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) .....	42
4.7	ANÁLISE MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS SELECIONADAS .....	44

<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>45</b>
5.1	SELEÇÃO DOS TESTEMUNHOS .....	45
5.2	MICROSCOPIAS E ESPECTROSCOPIAS .....	47
5.2.1	AMOSTRA F2-11m.....	48
5.2.1.1	Imagem 01 – setor B3.....	48
5.2.1.2	Imagem 02 – setor A2 .....	49
5.2.2	AMOSTRA F2-36m.....	50
5.2.2.1	Imagem 01 – setor C3.....	50
5.2.2.2	Imagem 02 – setor E3 .....	51
5.2.3	AMOSTRA F3B-11m .....	52
5.2.3.1	Imagem 01 – setor C3.....	52
5.2.3.2	Imagem 02 – setor A3 .....	53
5.2.3.3	Imagem 03 – setor D1 .....	54
5.2.4	AMOSTRA F3B-31m .....	55
5.2.4.1	Imagem 01 – setor C4.....	55
5.2.4.2	Imagem 02 – setor D4 .....	56
5.2.4.3	Imagem 03 – setor D4 .....	57
5.2.5	AMOSTRA F7-24m.....	58
5.2.5.1	Imagem 01 – setor E3 .....	58
5.2.5.2	Imagem 02 – setor B3.....	59
5.2.6	Discussão geral .....	60
5.2.6.1	Fase agregado .....	60
5.2.6.2	Fases no clínquer e matriz cimentícia.....	60
5.3	ANÁLISE DIGITAL DAS MICROSCOPIAS – MAZE .....	62
5.3.1	AMOSTRA F2-11m.....	63
5.3.2	AMOSTRA F2-36m.....	64
5.3.3	AMOSTRA F3B-11m .....	65
5.3.4	AMOSTRA F3B-31m .....	66
5.3.5	AMOSTRA F7-24m.....	67
5.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....	69
5.4.1	Aplicação do método Rietveld .....	72
5.5	ANÁLISE DA ESPECTROSCOPIA DOS PONTOS SELECIONADOS .....	77
5.5.1.1	Análise dos produtos hidratados cimentícios .....	80

5.5.1.2	Análise dos álcalis .....	82
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES .....</b>	<b>86</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>89</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma experimental resumido da pesquisa (Fonte: autoria própria).....	33
Figura 2 – Exemplo de informações de localização dos furos de extração dos testemunhos: “Furo 7 – Firma Tecnosonda – barragem PA IV” (Fonte: autoria própria). ....	34
Figura 3 – Localização dos furos para instalação de extensômetros múltiplos na barragem PA IV (Fonte: autoria própria, adaptado de CHESF, 2011).....	35
Figura 4 – Exemplo de indicações de profundidade e sentido da extração nos testemunhos (Fonte: autoria própria).....	36
Figura 5 – Serra circular e espessura desejada das amostras (Fonte: autoria própria). ....	37
Figura 6 – Fluxograma de preparação das amostras para microscopias e espectroscopias (Fonte: autoria própria).....	38
Figura 7 – Equipamentos e materiais utilizados na preparação de amostras para as microscopias e espectroscopias (Fonte: autoria própria).....	39
Figura 8 – Metodologia de setorização das amostras para MEV (Fonte: autoria própria)..	40
Figura 9 – Fluxograma para análise dos pontos escolhidos das amostras por EDS (Fonte: autoria própria). ....	40
Figura 10 – Relações de Al/Ca e Si/Ca para microanálises típicas de pastas de cimento Portland (Fonte: TAYLOR, 1997). ....	41
Figura 11 – Fluxograma de preparação das amostras para DRX (Fonte: autoria própria)..	42
Figura 12 – Equipamentos e materiais utilizados na preparação de amostras para o DRX (Fonte: autoria própria).....	43
Figura 13 – Localização em corte das amostras selecionadas (Fonte: autoria própria) .....	45
Figura 14 – Amostras selecionadas dos testemunhos de concreto de acordo com a profundidade de extração (Fonte: autoria própria). ....	47
Figura 15 – Análise dos <i>dark gray products</i> , <i>light gray products</i> e bolsões de etringita por EDS da amostra F3B-31m: imagem 03 (Fonte: autoria própria). ....	61
Figura 16 – Etringita destacando-se no interior de poro com grandes proporções – microscopia da amostra F7-24m (Fonte: autoria própria). ....	62
Figura 17 – Porcentagem calculada dos (a) agregados e (b) produtos hidratados (b) das amostras pelo MAZE (Fonte: autoria própria). ....	68
Figura 18 – Porcentagem calculada dos defeitos das amostras pelo MAZE (Fonte: autoria própria). ....	69



Figura 19 – DRXs das amostras selecionadas da barragem PA IV (Fonte: autoria própria). .....	71
Figura 20 – Cristalinidade das amostras e quantificação relativa das fases encontradas pelo método Rietveld-DRX (Fonte: autoria própria). ....	73
Figura 21 – Quantificação absoluta das fases cristalinas por Rietveld-DRX classificadas em minerais e cimentícias (Fonte: autoria própria). ....	74
Figura 22 – Relação cimentício/mineral de acordo com Rietveld-DRX em comparação à relacionada aos traços originais utilizados nas amostras (Fonte: autoria própria). ....	75
Figura 23 – Ternários Si-Al-Ca com todos os pontos EDS selecionados nas amostras (Fonte: autoria própria). ....	78
Figura 24 – Exemplo das linhas de tendência dos pontos EDS selecionados das amostras (Fonte: autoria própria). ....	79
Figura 25 – Ternários Si-Al-Ca de contorno S/Ca com os pontos EDS relacionados aos produtos cimentícios hidratados (Fonte: autoria própria). ....	81
Figura 26 – Ternários Si-Al-Ca de contorno Na+K com os pontos EDS relacionados à análise de álcalis direcionadas à RAS (Fonte: autoria própria). ....	82
Figura 27 – Exemplos de fases álcali-aluminossilicatas encontradas em: (a) agregados; (b) matriz cimentícia; (c) e (d) ambos, inclusive na zona de transição (Fonte: autoria própria). ....	83
Figura 28 – Influência do pH na solubilidade da sílica e alumina à 25 °C (Fonte: POURBAIX, 1974). ....	85

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais componentes e propriedades influenciadoras das fases microscópicas do concreto (Fonte: adaptado de MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE; BROOKS, 2013).....	18
Tabela 2 – Critérios da metodologia PICO para delimitação e embasamento da pesquisa (Fonte: autoria própria).....	26
Tabela 3 – Revisão sistemática de artigos envolvendo análises microestruturais em concretos com aplicações para barragens (Fonte: autoria própria).....	27
Tabela 4 – Produção energética do complexo de Paulo Afonso (Fonte: “Chesf - Complexo Paulo Afonso”, 2021). ....	28
Tabela 5 – Informações complementares da Usina PA IV (Fonte: “Chesf - Paulo Afonso IV”, 2021).....	29
Tabela 6 – Traços dos concretos utilizados na usina PA IV de acordo com o local de aplicação (CHESF, 2002). ....	31
Tabela 7 – Principais resultados dos parâmetros físico-mecânicos para o concreto da casa de força – usina PA IV (Fonte: CHESF, 2003). ....	32
Tabela 8 – Locação dos extensômetros múltiplos de haste na barragem de PA IV (Fonte: CHESF, 2013). ....	34
Tabela 9 – Amostras selecionadas de concreto da barragem PA IV (Fonte: autoria própria). ....	45
Tabela 10 – Massa específica considerada para os materiais utilizados nos concretos das amostras (Fonte: autoria própria). ....	76
Tabela 11 – Principais composições minerais e de matrizes cimentícias para os concretos da barragem PA IV (Fonte: CHESF, 2003; MAIA NETO et al., 2021; MEHTA; MONTEIRO, 2014; RICHARDSON, 2008).....	77
Tabela 12 – Porcentagem de pontos direcionados às linhas de tendência indicadas pelos ternários/EDS (Fonte: autoria própria) .....	80

## 1 INTRODUÇÃO

Dentre os diversos materiais da construção, o concreto destaca-se como o mais utilizado em todo o mundo. A produção total de concreto em 2017 foi de aproximadamente 27 Gt (LI et al., 2019), com uma composição média estimada no consumo de 19 Gt de agregado, 4 Gt de Cimento Portland e de 2 a 3 Gt de água doce (MILLER; HORVATH; MONTEIRO, 2018). Além disso, o concreto pode ser produzido com diversos tipos de adições minerais, materiais reciclados e resíduos, e pode ser utilizado de diversas formas, seja aquecido, auto-clavados, tratado a vácuo, prensados, vibrados por impactos, extrudados e projetados, etc (NEVILLE; BROOKS, 2013).

Historicamente, dentre os principais tipos de obras com uso de concreto, sobressaem-se as estruturas hidráulicas. Obras como barragens e hidrelétricas destacam-se em relação ao porte e importância dos projetos, desde as represas de alvenaria e de gravidade, até aquelas utilizando múltiplos arcos e contrafortes, barragens de enrocamento com face de concreto, concreto compactado a rolo, etc (HU, 2020).

É necessário compreender como funcionarão estas barragens durante longos períodos de tempo, além de averiguar seu funcionamento e segurança em condições exigentes. Em geral, concreto de barragens adequadamente projetadas, construídas, usadas e mantidas apresentará anos de bom desempenho. No entanto, a deterioração e manifestações patológicas nessas obras são causadas por fatores que podem envolver escolhas projetuais, de materiais, erros de execução ou, principalmente, a interação a longo prazo entre o concreto da barragem e os efeitos ambientais (DOLEN, 2008).

A durabilidade e desempenho do concreto de barragens é afetado pelo acúmulo de dano induzido pelo carregamento externo em conjunto com efeitos ambientais, tais como desgaste de superfície, lixiviação de cálcio, ataque de sulfato, reações álcali-agregado, corrosão de aço devido à carbonatação, etc (BANGERT et al., 2003; HU et al., 2018; PAN et al., 2013; PORTELLA et al., 2012; SCHMIDT et al., 2011; XING, 2003). Vários estudos sobre a capacidade do concreto para resistir à deterioração foram realizados em condições laboratoriais padronizadas (CARDE; FRANÇOIS; TORRENTI, 1996; DE LARRARD et al., 2010; PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1991). No entanto, dado a pouca quantidade de estudos que analisam e abordam situações de campo, é complexo comparar o resultado das investigações realizadas em laboratório com o desempenho do concreto em campo. Além

disso, os períodos de tempo para as pesquisas de laboratório são curtos em comparação à vida útil das obras hidráulicas (HU, 2020).

Dessa forma, no intuito de analisar a condição de antigos concretos retirados da barragem da usina hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV), o objetivo deste trabalho é avaliar e caracterizar a microestrutura dos testemunhos por meio de microscopias, espectroscopias, análises de zoneamento superficial e difrações de raios X comparativas, destacando fases, composições, produtos encontrados, diferenças em relação à profundidade de extração, etc.

### **Objetivo Geral:**

Caracterizar a microestrutura de antigos concretos estruturais da barragem da usina hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV), por meio da análise de testemunhos retirados de diferentes furos de extração.

### **Objetivos Específicos:**

- ✓ Aperfeiçoar a metodologia de preparação de amostras de concreto de grandes proporções para realização de microscopias e espectroscopias;
- ✓ Analisar as manifestações patológicas microestruturais das amostras de testemunhos de concreto da barragem de Paulo Afonso IV;
- ✓ Quantificar as frações de matriz cimentícia, agregados e defeitos (vazios, poros e fissuras) das microscopias das amostras por meio de análise digital de imagens;
- ✓ Avaliar potenciais alterações microestruturais dos testemunhos de acordo com a influência da profundidade de extração;
- ✓ Correlacionar a obtenção de relações cimento/mineral por DRX-Rietveld com aquelas originais descritas pelos traços dos concretos.

## **2 REFERENCIAL TEÓRICO**

Este capítulo será dividido em três partes, de acordo com os elementos que serão empregados na metodologia da pesquisa para alcançar os resultados desejados. Na primeira parte será realizada uma conceituação sobre o concreto, seus materiais constituintes, formação, propriedades e manifestações patológicas. Na segunda parte será apresentada uma explanação sobre os ensaios microestruturais, neste estudo, aplicados em concretos para análise de seus materiais constituintes. Na terceira e última parte será feita uma revisão sistemática das publicações em periódicos envolvendo o contexto desta pesquisa, com o objetivo de embasar sua escolha e nortear a lacuna deste estudo em comparação com os desenvolvidos até então.

### **2.1 Concreto**

O concreto, no sentido mais amplo, é qualquer produto ou massa produzido a partir do uso de um meio aglomerante. Geralmente, esse meio é o produto da reação entre um cimento hidráulico e água, mas atualmente essa definição envolve uma larga gama de produtos. O concreto pode ser produzido com vários tipos de cimentos; pode conter pozolanas como cinza volante, escória de alto-forno, sílica ativa, adições minerais; pode conter agregados de concreto reciclado, aditivos, polímeros e fibras. Além disso, esses concretos podem ser aquecidos, curados a vapor, auto-clavados, tratados a vácuo, prensados, vibrados por impactos, extrudados e projetados (NEVILLE; BROOKS, 2013).

Além disso, o concreto destaca-se como o material de construção mais utilizado em todo o mundo. Há pelo menos três razões principais para justificar esse fato: excelente resistência do concreto à água, diferentemente da madeira e aço comum, o que permite seu uso em obras hidráulicas como cisternas, represas, barragens, hidrelétricas, canais, etc; facilidade com a qual elementos estruturais de concreto podem ser obtidos através de uma variedade de formas e tamanhos, dado a consistência plástica do concreto fresco, o qual permite sua moldagem; além do baixo custo, visto que os principais componentes para a produção do concreto (agregados, água e cimento Portland) são relativamente baratos e acessíveis para compra em praticamente todos os lugares do mundo (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

### 2.1.1 Formação, microestrutura e principais componentes

Concreto é um material compósito que consiste, essencialmente, de um meio aglomerante no qual estão aglutinadas partículas ou fragmentos de agregado. Agregado é um material granular, como a areia, pedregulho, pedrisco, rocha britada, escória de alto-forno ou resíduos de construção e de demolição (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

De forma usual, o termo concreto se refere ao concreto de cimento Portland. Segundo a ABNT NBR 12655, o concreto de cimento Portland é um material formado pela mistura homogênea de cimento, agregados miúdo e graúdo e água, com ou sem a incorporação de componentes minoritários (aditivos químicos, pigmentos, metacaulim, sílica ativa e outros materiais pozzolânicos), que desenvolve suas propriedades pelo endurecimento da pasta de cimento (cimento e água). O termo agregado graúdo se refere às partículas de agregado maiores que 4,75 mm, comumente chamado de *brita*, e o termo agregado miúdo se refere às partículas de agregado menores que 4,75 mm, mas maiores que 0,075 mm, comumente chamado e utilizado *areia* (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O tipo, a quantidade, o tamanho, a forma e a distribuição das fases presentes em um sólido constituem sua microestrutura. De forma macroscópica, o concreto é composto por duas fases distintas: partículas de agregados maiores com formas e tamanhos variados; e o meio ligante composto de uma argamassa de cimento hidratada, comumente chamada de pasta de cimento hidratada ou matriz cimentícia. Em nível microscópico, além das duas fases já citadas serem complexas de se analisar, devido sua heterogeneidade e variações de propriedades dos materiais de acordo com o local de análise, pode haver a distinção de uma terceira fase, na forma de uma camada delgada com espessura na ordem de 50  $\mu\text{m}$ , localizada envolta dos agregados graúdos e na interface com a matriz cimentícia, comumente chamada de zona de transição. A zona de transição é uma região microscópica, heterogênea e normalmente menos resistente que as outras regiões do concreto (MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE; BROOKS, 2013).

De modo geral, a Tabela 1 apresenta os principais componentes e propriedades que cada uma das três fases microscópicas do concreto influencia:

Tabela 1 – Principais componentes e propriedades influenciadoras das fases microscópicas do concreto (Fonte: adaptado de MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE; BROOKS, 2013)

Fase	Principais componentes	Principais propriedades do concreto as quais influenciam
Agregado	Agregados minerais naturais (material prioritariamente cristalino e inerte)	Massa unitária; módulo de elasticidade; estabilidade dimensional e propriedades derivadas
Matriz cimentícia	Originados a partir da hidratação do cimento Portland e reações pozolânicas, portanto variam com o tempo: silicatos de cálcio hidratado (C-S-H), hidróxidos de cálcio (C-H), etringitas (grupo AFt) e monossulfatos (grupo AFm), grãos de clínquer não hidratados, fases gasosas (vazios) e líquidas (água), etc.	Resistência geral e propriedades derivadas, variando de acordo com as respectivas fases analisadas
Zona de transição	Mesmos componentes da matriz cimentícia, porém com estrutura e propriedades diferentes, principalmente pela maior concentração local da relação água/cimento.	Resistência local e propriedades derivadas

Legenda: C = CaO; S = SiO<sub>2</sub>; H = H<sub>2</sub>O; A = Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; F = Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; m = mono; t = tri

### 2.1.2 Manifestações patológicas em concretos de barragens

De modo geral, concreto em barragens adequadamente projetadas, construídas e com manutenções periódicas terá anos de bom desempenho. A represa Hoover (Nevada, EUA) foi construída durante o período de 1931 à 1936, e resultados de testes em 1995 mostram que seu concreto ganhou resistência com o tempo, algo típico deste material sem fontes de deterioração. Entretanto, a barragem Seminoe (Wyoming, EUA), com aproximadamente a mesma idade, apresentou vários tipos de deteriorações provenientes de fatores ambientais (DOLEN, 2008). Assim, no intuito de preservar o desempenho da barragem, é importante conhecer a interação a longo prazo entre o concreto de sua estrutura e os efeitos ambientais (BANGERT et al., 2003).

Diversas manifestações patológicas típicas estão associadas a estruturas de barragens: eflorescência, porosidade e permeabilidade excessiva à água, irregularidades de superfície, juntas de expansão e controle, rachaduras mecânicas, agregados reativos, além de ataques químicos contínuos devido à água e poluição ambiental. A consequência imediata no concreto e outros materiais associados (como o aço de reforço e dispositivos hidrelétricos) pode envolver a degradação do cimento, corrosão de materiais ferrosos e expansões do concreto devido à subprodutos expansivos (FERNANDES; NORONHA; TELES, 2004, 2007; HU, 2020; PORTELLA et al., 2012). Esses danos contribuem para a aceleração da manutenção e diminuição da vida útil de várias barragens mundiais, e sua investigação envolve ciências multidisciplinares (PORTELLA et al., 2012).

Diferentes técnicas em várias áreas de conhecimento são utilizadas para investigar o desempenho e estabilidade de barragens. Cada técnica contribui para elucidar alguns dos mecanismos de deterioração envolvidos.

A inspeção visual no local é usada para investigar problemas em superfícies de concreto, como rachaduras, eflorescências, desagregação e lixiviação. A tomografia computadorizada de raios-X, por exemplo, é útil para avaliar porosidade, fissuras, heterogeneidade e vazios nas amostras de concreto. No caso das manifestações expansivas, estas são investigadas por diferentes técnicas, incluindo microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise térmica simultânea (STA), difração de raios-X (DRX), entre outras (PORTELLA et al., 2012; SCRIVENER; YOUNG, 1997; SHAYAN; GRIMSTAD, 2006).

Além disso, as análises físico-químicas de amostras de concreto extraídas de barragens, como teor de cimento, índice de porosidade, massa específica, entre outros, podem apresentar evidências quanto às causas da deterioração. Os resultados indicam quais regiões da barragem são mais danificadas ou afetadas por agente interno ou externo (PORTELLA et al., 2012).

#### **2.1.2.1 Reação Álcali-Agregado (RAA)**

Com os avanços científicos no estudo do concreto, observa-se que várias manifestações patológicas podem ocorrer por reações entre suas matérias-primas. Isso pode surgir, por exemplo, a partir de uma seleção imprudente de tipos de agregados e cimentos ao se planejar a dosagem do concreto. Embora este material possa inicialmente atender a todas as especificações exigidas de desenvolvimento de resistência e qualidade, após poucos anos



de serviço em relação à sua via útil, verifica-se que alguns começam a se expandir e causar deslocamentos ou rachaduras em formato de mapa. O problema particular envolvido é referido como Reação Álcali-Agregado (RAA), ocorrendo quando certos tipos de componentes minerais reativos presentes nos agregados, e apenas quando os álcalis do cimento (ou, em casos piores, de fontes externas) excederam o limite mínimo de concentração percentual (MEHTA; MONTEIRO, 2014; SIMS; POOLE, 2017).

As conclusões e estudos sobre a reação sugerem que pode haver até três tipos de RAA: Reação Álcali-Silicato (GILLOTT, 1975), Reação Álcali-Carbonato – RAC (MILANESI et al., 2012; SWENSON, 1957) e Reação Álcali-Sílica – RAS (STANTON, 1940), sendo esta última a mais recorrente no mundo e que será apresentada neste trabalho.

A RAS resulta de reações químicas envolvendo os álcalis e íons hidroxila, em sua grande parte provenientes da pasta de cimento Portland, e certos minerais silicosos reativos, estes frequentemente presentes no agregado (MEHTA; MONTEIRO, 2014). A estrutura de sílica altamente degradada, dissolvida pelo ataque nucleofílico de íons hidroxila, se comporta como um gel de sílica higroscópico. Alternativamente, a sílica dissolvida pode reticular (por exemplo, na presença de íons alcalinos como  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Na}^+$  e  $\text{K}^+$ ), coagular e formar um gel sílico-alcalino (ASG). Na presença da água, o inchaço desse gel leva ao desenvolvimento de tensões de tração no concreto e, potencialmente, à sua deterioração (RAJABIPOUR et al., 2015).

Numerosos exemplos e casos da RAS foram relatados pelo mundo (SIMS; POOLE, 2017; STANTON, 1940), mostrando sua importância de estudo principalmente relacionado a possíveis causas de deterioração em estruturas de concreto localizadas em ambientes úmidos e de acesso à água, como barragens, pontes, quebra-mares, pilares e fundações de edifícios (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Quimicamente, para que ocorra a RAS é necessária a presença de três componentes (SIMS; POOLE, 2017; SWAMY, 1992):

- Sílica reativa ( $\text{SiO}_2$ );
- Álcalis disponíveis ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ );
- Água ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

Com relação aos agregados reativos, dependendo do tempo, da temperatura e da dimensão da partícula, todos os silicatos ou minerais de sílica podem reagir com as soluções

alcalinas (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Feldspatos, piroxênios, anfibólios, e micas, que são minerais constituintes do granito, gnaiss, xisto, arenito e basalto, são geralmente considerados como minerais inócuos. Opala, obsidiana, cristobalita, tridimita, calcedônia, chert, andesita, riolito e quartzo tensionado ou metamórfico são geralmente considerados reativos.

Com relação aos álcalis disponíveis, sua principal fonte está no clínquer do cimento (RAJABIPOUR et al., 2015). Cimentos Portland com teor alcalino equivalente maior que 0,6%, em conjunto com agregados reativos e água, podem causar RAS. Entretanto, em concretos com alto consumo de cimento, mesmo valores menores que 0,6% de álcalis podem ser danosos, devendo-se limitar ao teor total de álcalis do concreto, de todas as fontes, ser abaixo de 3kg/m<sup>3</sup> (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Vale destacar que, em condições de ambientes básicos fortes, agregados reativos ricos em feldspatos e muscovita também podem contribuir com álcalis para a RAS (FERNANDES; NORONHA; TELES, 2004).

Com relação à importância da água para o fenômeno da RAS, sua função se deve à dois fatos principais (RAJABIPOUR et al., 2015): representar o caminho pelo qual os íons (Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> e OH<sup>-</sup>) alcançam a superfície da sílica reativa e iniciam o processo de dissolução, além de ser absorvida pelo futuro gel de RAS, resultando em sua expansão. Pelo menos 80% de umidade relativa nos poros do concreto é necessária para isso (STARK, 1991).

Ademais, além da água, agregados reativos e álcalis disponíveis, a presença do cálcio é relevante para a RAS de duas maneiras: o cálcio (Ca<sup>++</sup>) pode ser incorporado pelo gel ASG, substituindo dois íons alcalinos monovalentes (Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup>), o que promove a reciclagem dos álcalis e ajuda a manter o pH da solução alto; além disso, a incorporação de cálcio pelo gel ASG altera suas propriedades, como viscosidade e capacidade de absorção de água, o que resulta em gel propenso ao inchaço e expansão significativa (RAJABIPOUR et al., 2015).

Destaca-se também que, embora o cálcio seja um pré-requisito para a formação dos géis de RAS, aqueles com baixo teor de Ca e alto teor de álcalis (Na, K) poderiam atuar como um líquido fluido e permear através da estrutura de poro do cimento circundante sem causar danos ao concreto, enquanto que aqueles com alto teor de Ca (razão molar Ca/Si>0,5) se aproximariam da composição e propriedades do C-S-H pozolânico, e poderiam ter alta rigidez e baixa expansão (GHOLIZADEH VAYGHAN; RAJABIPOUR; ROSENBERGER, 2016). Dessa forma, os géis com teor intermediário de cálcio são provavelmente expansivos e capazes de gerar e sustentar altos níveis de tensão que causam danos ao concreto.

Sobre sua estrutura e composição química, os géis de RAS tem fórmula geral  $(\text{SiO}_2) \cdot (\text{Na}_2\text{O})_n \cdot (\text{K}_2\text{O})_k \cdot (\text{CaO})_c \cdot (\text{H}_2\text{O})_x$ , prevalecendo os teores de Si+Na+K. Pode existir uma pequena concentração de Mg substituindo o Ca, além da possível presença de Al (FERNANDES, 2009; FERNANDES; NORONHA; TELES, 2007; GHOLIZADEH VAYGHAN; RAJABIPOUR; ROSENBERGER, 2016; SWAMY, 1992).

Com relação à concentração dos óxidos, varia amplamente em concretos de campo, apresentando razões molares na faixa de 0,05 à 0,60 para  $(\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O})/\text{SiO}_2$  e de 0,00 à 0,20 para  $(\text{CaO}+\text{MgO})/\text{SiO}_2$ , além de variar significativamente com a idade e a distância do local de reação (HOU; STRUBLE; KIRKPATRICK, 2004). Estudo com géis situados em agregados de concreto com sete anos de idade mostra uma concentração Ca/Si próxima a 0,25 e relações K/Si de 0,10 à 0,30, enquanto que os géis na pasta do mesmo concreto têm maiores relações Ca/Si (até 1,30) e menores razões K/Si (THOMAS, 2001). Além disso, conforme discutido anteriormente, destaca-se que a combinação péssima de propriedades osmóticas e reológicas ocorre no caso de géis de RAS com conteúdo intermediário de cálcio e alto teor de sódio ( $\text{Ca/Si} = 0,20$  e  $\text{Na/Si} \approx 0,85$ ), levando à maiores pressões e, dessa forma, mais propenso à expansão (GHOLIZADEH VAYGHAN; RAJABIPOUR; ROSENBERGER, 2016).

## **2.2 Ensaios microestruturais**

Segue um resumo da metodologia científica de alguns ensaios microestruturais, além da importância dessas técnicas de caracterização para materiais, as quais serão empregadas nesse trabalho.

### **2.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV):**

Os elementos macroscópicos de um material podem ser vistos facilmente em uma seção transversal, dado que a resolução do olho humano é de aproximadamente um quinto de um milímetro ( $200 \mu\text{m}$ ). Já os elementos mais finos, por sua vez, são geralmente analisados com a ajuda de um microscópio. A capacidade de aumento dos microscópios eletrônicos modernos é da ordem de  $10^5$  vezes. Assim, permitem analisar a microestrutura de materiais até frações de 1 micrômetro (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Nesse contexto, a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica capaz de gerar imagens microscópicas de uma amostra com alta resolução e profundidade, tanto para exame microestrutural quanto para análise da morfologia de superfícies. O MEV é baseado nas interações físico-químicas entre um feixe de elétrons de alta energia com os átomos que compõem a amostra investigada. Quando o feixe de elétrons colide com a amostra, três tipos principais de interação são observados: formação de elétrons secundários (*secondary electrons* - SE), elétrons retroespalhados (*backscattered electrons* - BSE) e raios X característicos, cada qual em um determinado nível de profundidade da amostra (LENG, 2013).

SE são os produtos de espalhamento inelástico, têm energia significativamente menor que os elétrons incidentes e são usados para criar contraste topográfico da área de superfície da amostra.

Por outro lado, os BSE são o resultado do espalhamento elástico, mantendo cerca de 60-80% da energia do feixe incidente e são usados para gerar o contraste pela composição elementar da amostra. Em uma micrografia BSE, uma região sombreada escura representa uma fase composta de elementos mais leves (por exemplo, carbono), enquanto uma região sombreada clara representa o oposto.

Junto com as interações SE e BSE, raios X característicos também são produzidos e são comumente usados na identificação química usando Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

### **2.2.2 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS):**

A Espectroscopia de Energia Dispersiva de raios X (EDS) é uma técnica complementar ao MEV que identifica elementos químicos pela detecção de raios X característicos emitidos pela amostra. No entanto, em vez de investigar vários pontos e calcular a composição química média, procedimento que ocorre na Fluorescência de Raios X (FRX), o EDS permite o exame de pontos específicos durante a execução do MEV no modo BSE. Portanto, permite a identificação de fases locais ao examinar os elementos da microestrutura na superfície da amostra.

O EDS se tornou um produto comercial no início dos anos 1970 e rapidamente ultrapassou em popularidade o WDS (*Wavelength Dispersive Spectra* - Espectros Dispersivos de Comprimento de onda). Os sistemas EDS são estruturalmente mais simples

e relativamente mais rápidos porque o detector coleta os sinais das energias características dos raios X de uma ampla gama de elementos em uma amostra ao mesmo tempo, em vez de coletar sinais do comprimento de onda dos raios X individualmente, como no WDS. Dessa forma, o EDS é uma técnica atraente para análise qualitativa de elementos (LENG, 2013).

### **2.2.3 Multi-Analysis Zonning Expert (MAZE):**

O MAZE é um software desenvolvido pelo projeto P&D+I da CHESF, em 2018, utilizado hoje para pesquisas do laboratório TECNOMAT-UFPB de forma complementar ao MEV. Ele consiste em um pacote tecnológico para identificação de fases em rochas e análise automática de danos em concreto a partir de ensaios não destrutivos e para predição da reação álcali-agregado com base em técnicas de aprendizagem de máquina.

O programa é dividido em quatro módulos: base de dados de agregados; análise e segmentação de imagens; ensaios de microdureza e redes neurais. Para isso, o MAZE foi escrito na linguagem Python e utiliza as bibliotecas: PyQt5; NumPy; SciPy; Pandas; Matplotlib; Seaborn; OpenCV.

O sistema MAZE é capaz de classificar o padrão de cada impressão feita sobre a amostra. Cada ponto amostral gera uma impressão que corresponde às variações que ocorrem em função de heterogeneidade da amostra, de sua formação mineralógica e no padrão de dureza (COSTA, 2019). Para isso, analisando pixel a pixel, o programa equaliza a coloração da microscopia em tons de cinza e as enquadra na quantidade respectiva de classes escolhida pelo operador. Dessa forma, é interessante que os materiais analisados sejam definidos com uma quantidade de classes no mínimo igual a quantidade de fases físicas visíveis da imagem.

O MAZE é constituído de um banco de dados sobre agregados e fases cristalinas presentes em concretos, o qual auxilia na classificação das imagens microscópicas direcionadas para obras de engenharia civil e na quantificação das fases visíveis.

### **2.2.4 Difração de Raios X (DRX):**

A Difração de Raios X (DRX) é uma técnica amplamente estudada e utilizada para a caracterização de materiais. O método identifica compostos químicos a partir de sua estrutura cristalina, não de sua composição de elementos químicos. Isto significa que os

diferentes compostos (ou fases) que têm a mesma composição química podem ser identificados (LENG, 2013).

Se um mineral cristalino é exposto aos raios X de um determinado comprimento de onda, as camadas de átomos difratam estes raios e produzem um padrão de picos que é característico da fase. Em um difratograma, a escala horizontal (ângulo de difração) fornece o espaçamento do arranjo cristalino, enquanto a escala vertical (altura do pico) fornece a intensidade do raio difratado. Quando uma amostra submetida à análise por raios X contém mais do que um mineral, a intensidade dos picos característicos dos minerais individuais são proporcionais às suas quantidades (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Os métodos de DRX podem ser classificados em dois tipos: espectroscópicos e fotográficos. A técnica espectroscópica conhecida como difração de pó de raios X, é o principal método utilizado nos laboratórios (LENG, 2013).

Além da caracterização dos materiais, por meio da técnica do refinamento de Rietveld pode-se fazer a análise quantitativa dos minerais identificados nas amostras de DRX (RIETVELD, 1969). Aplicado por meio de softwares específicos, esse método é baseado na comparação do padrão observado de difração de raios X com um padrão calculado dos dados de estruturas (parâmetros cristalográficos) das fases existentes. Dessa forma, é possível obter a cristalinidade, porcentagem amorfa e frações cristalinas dos materiais minerais e cimentícios para os concretos.

### **2.3 Revisão sistemática: análises microestruturais em concretos de barragens**

Foi realizada uma revisão sistemática de artigos referente aos estudos microestruturais realizados com concretos, os quais poderiam ser aplicados para barragens. As premissas adotadas pela revisão basearam-se na elegibilidade de artigos, fontes de informações, busca e seleção de estudos.

A partir da leitura, foi possível nortear e encontrar algumas características a serem identificadas nos materiais. Dentre os critérios estabelecidos, a pesquisa foi delimitada pelo método PICO (População, Intervenção, Comparação e Resultados), que tem como objetivo fundamentar a pesquisa. Esta metodologia está sintetizada na Tabela 2:

Tabela 2 – Critérios da metodologia PICO para delimitação e embasamento da pesquisa  
(Fonte: autoria própria).

<b>Critérios PICO</b>	
<b>POPULAÇÃO</b>	Análise de concretos de cimento Portland aplicados/provenientes de barragens ou hidrelétricas.
<b>INTERVENÇÃO</b>	Uso de técnicas microestruturais.
<b>COMPARAÇÃO</b>	Analisar quais técnicas microestruturais foram empregadas, idade dos concretos estudados, forma de abordagem dos artigos, além da metodologia definida.
<b>RESULTADO</b>	Organizar as linhas de pesquisa dos estudos microestruturais de concretos de barragens e nortear os objetivos/lacuna/metodologia da pesquisa.

Para o levantamento das informações, usaram-se papers extraídos da base de dados da SCOPUS. O acesso a esta base ocorreu até o dia 20 de setembro de 2021. Para localizar as publicações, utilizou-se uma “string” de busca nos títulos, resumos e palavras-chave, a qual passou por alguns refinamentos e testes até chegar à string final: “concrete” and (“dam” or “hydroelectric”) and (“microstructure” or “SEM” or “EDS”).

Com a aplicação da string de busca, foram encontradas 92 publicações. Dessas, 62 são artigos de periódicos; 13 são artigos de conferência; 15 são revisões de conferência; e 2 são revisões e capítulos de livro. Englobando apenas os 75 artigos (periódicos e conferência), a partir de sua leitura foi possível adotar critérios de inclusão e exclusão. Para ser incluído, o artigo deveria ter estudado concretos que possam ser aplicados em construções de barragens. Como critério de exclusão, foram retirados os artigos que não apresentassem análises microestruturais dos concretos, principalmente microscopias e espectroscopias.

Aplicando os critérios de inclusão e exclusão, 26 publicações foram retiradas da análise. Assim, os 49 artigos restantes foram classificados de acordo com suas premissas de abordagem conforme mostrado na Tabela 3.

Tabela 3 – Revisão sistemática de artigos envolvendo análises microestruturais em concretos com aplicações para barragens (Fonte: autoria própria).

<b>Linha de pesquisa</b>	<b>Premissa abordada</b>	<b>Quantidade de artigos/estudos</b>
(1)	Estudos envolvendo o uso de adições, pozolanas e geopolímeros, além de substituição de materiais ou testes com novos materiais para desempenho/reparo/eficiência de concretos com aplicações em barragens.	17 artigos (35%)
(2)	Estudos envolvendo carbonatação ou lixiviação e transporte de materiais de concretos com aplicações em barragens.	04 artigos (8%)
(3)	Estudos envolvendo concretos de características expansivas (agregados reativos, testes de materiais inibidores da expansão); identificação de manifestações patológicas; ou avaliações microestruturais de antigos concretos relacionados com barragens.	22 artigos (45%)
(4)	Estudos envolvendo influências sísmicas; influências térmicas (ciclos de congelamento, coeficientes de expansão térmica, etc); ou modelagens numéricas/tridimensionais no comportamento mecânico de concretos com aplicações em barragens.	06 artigos (12%)
	<b>TOTAL</b>	<b>49 artigos (100,00%)</b>

Dessa forma, pela revisão dos artigos disponíveis, este estudo estaria elencado na linha de pesquisa (3), na qual houveram alguns trabalhos similares ao proposto, principalmente de estudos relacionados à análises microestruturais de antigos concretos de barragens (FERNANDES; NORONHA; TELES, 2004, 2007; PORTELLA et al., 2012; SCHMIDT et al., 2011).



### 3 CARACTERÍSTICAS DA ÁREA DE ESTUDO

#### 3.1 Usina hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV)

A usina hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV) faz parte integrante do Complexo de Paulo Afonso, juntamente com as usinas de Paulo Afonso I, II, III e Apolônio Sales. O complexo produz cerca de 4.279.600 kW de energia gerada a partir da força das águas da cachoeira de Paulo Afonso, com um desnível natural de 80 metros do rio São Francisco. O complexo é considerado a primeira fonte de energia elétrica de grandes proporções na região nordeste do Brasil (“Chesf - Complexo Paulo Afonso”, 2021).

A história deste complexo hidrelétrico tem início com a fundação da Companhia Hidroelétrica do São Francisco (CHESF) em março de 1948, cuja responsabilidade era construir a usina de Paulo Afonso pelo aproveitamento do potencial hidráulico das cachoeiras da cidade em questão, no rio São Francisco. A construção de Paulo Afonso I foi iniciada em março de 1949 e sua operação iniciada em 1954, com uma casa de força subterrânea com 3 unidades geradoras de 60MW cada. Em 1956 foi iniciada a construção de Paulo Afonso II, com 3 unidades de 75MW e 3 unidades de 76MW, sendo sua operação datada em 1961. Em 1967 foi iniciada a construção de Paulo Afonso III, com 4 geradores de aproximadamente 200MW cada, sendo sua operação datada em 1971. Em 1971 foi iniciada a construção da Usina Hidrelétrica de Moxotó, hoje Apolônio Sales, 3 km à montante de Paulo Afonso I, com 4 unidades de 100MW cada, sendo sua operação datada em 1977. Por fim, a construção da Usina PA IV foi iniciada em maio de 1972, tendo seu enchimento do reservatório em agosto de 1979 e entrada em operação no mesmo ano, conforme Tabela 4.

Tabela 4 – Produção energética do complexo de Paulo Afonso (Fonte: “Chesf - Complexo Paulo Afonso”, 2021).

Hidrelétrica	Data de operação	Unidades	Potência total/ kW
Paulo Afonso I	1954	3	180.000
Paulo Afonso II	1961	6	443.000
Paulo Afonso III	1971	4	794.200
Apolônio Sales (Moxotó)	1977	4	400.000
Paulo Afonso IV	1979	6	2.462.400
TOTAL			4.279.600

A Usina PA IV localiza-se no rio São Francisco, próximo às cachoeiras de Paulo Afonso, na divisa dos Estados da Bahia e de Alagoas. O rio São Francisco é o principal da região, com área de drenagem de 605.171 km<sup>2</sup>, bacia hidrográfica na ordem de 630.000 km<sup>2</sup>, além de uma extensão na ordem de 3.200 km, desde sua nascente na Serra da Canastra/MG, até sua foz em Piaçabuçu/AL e Brejo Grande/SE (“Chesf - Paulo Afonso IV”, 2021).

A Usina PA IV recebe água do reservatório de Moxotó através de um canal de derivação. A água turbinada em conjunto com a água turbinada de Paulo Afonso I, II e III, segue pelo *canyon* para a Usina de Xingó. O represamento de PA IV é constituído de barragens e diques de seção mista terra-enrocamento com um comprimento total de 7.430m e altura máxima próximo à 35,00m. As estruturas de concreto apresentam um comprimento total de 1.053,50m compreendendo: vertedouro com 8 comportas tipo de crista/controlado (capacidade de descarga de 10.000 m<sup>3</sup>/s); tomada d'água constituída por 10 blocos, sendo os blocos 1, 4, 7 e 10 de gravidade e os blocos 2, 3, 5, 6, 8 e 9 abrigando as tomadas d'água e os 6 condutos forçados (com diâmetro de 8,7m); além de uma casa de força subterrânea com 210m de comprimento, 24,20m de largura e 52m de altura, dotada de 6 unidades geradoras com turbinas do tipo Francis, de capacidade nominal 410.400kW, totalizando 2.462.400kW, conforme Tabela 4. Demais dados da Usina PA IV estão apresentados na Tabela 5:

Tabela 5 – Informações complementares da Usina PA IV (Fonte: “Chesf - Paulo Afonso IV”, 2021).

Proprietário	CHESF
Início / Fim das obras	1972 / 1979
Início da operação - Gerador G1	01/12/1979
Início da operação - Gerador G2	06/05/1980
Início da operação - Gerador G3	16/10/1980
Início da operação - Gerador G4	29/07/1981
Início da operação - Gerador G5	15/12/1981
Início da operação - Gerador G6	28/05/1983

### **3.2 Reação Álcali-Agregado no concreto da PA IV**

As primeiras suspeitas da existência da reação álcali-agregado nas estruturas PA IV datam de meados de 1986, quando foram detectadas fissuras nas estruturas de concreto, principalmente na região das paredes da sala dos geradores e na laje da cota de elevação 144m da casa de força, além da comprovação do fenômeno na Usina de Moxotó, que empregou praticamente o mesmo tipo de rocha. Análises petrográficas realizadas anos após a conclusão da PA IV detectaram como mineral reativo o quartzo deformado, que teve sua estrutura modificada ao longo da história geológica por altas pressões e temperaturas atuantes na rocha em profundidade. As amostras de concreto ensaiadas em 1988 mostraram a presença de RAA ainda que em estágio inicial (CHESF, 2002).

A expansão do concreto causava, na tomada d'água, o descolamento entre a chapa dos condutos forçados e o concreto de envolvimento na região da curva superior dos mesmos, o que provocava um aumento da vazão de infiltração e a elevação das tensões na blindagem dos condutos com a ocorrência de fissuras em sua chapa. No vertedouro, as características mais evidentes da presença da RAA ocorreram nos pilares de ancoragem da viga munhão e na superfície da própria viga (CHESF, 2002).

A partir de 1994, a CHESF iniciou uma ampla campanha de investigação da RAA através de ensaios de laboratório, medições de tensões “in situ” no concreto, instrumentação das estruturas da PA IV e estudos através de modelos matemáticos tridimensionais, no intuito de investigar a eficiência de medidas corretivas que viessem a atenuar os problemas sobre as unidades geradoras da usina. A instalação da instrumentação iniciou-se em 1998, com foco na casa de força, onde a ocorrência da RAA chegou a influenciar significativamente a operação dos equipamentos (CAVALCANTI et al., 2021; CHESF, 2003).

### **3.3 Materiais e propriedades dos concretos da usina PA IV**

O agregado para concreto utilizado na construção da usina PA IV foi proveniente das escavações obrigatórias tanto a céu aberto como subterrâneas. As principais litologias encontradas para agregados graúdos foram biotita-gnaiss, granito rosado, anfibolito, biotita, migmatitos e biotita-xisto. Como agregado miúdo, foram utilizadas areias naturais quartzosas. Os cimentos utilizados foram o Poty, Nassau e Zebu, do tipo 250 (classificação

da ABNT, na época), com teor de equivalente alcalino em torno de 0,92% (CAVALCANTI et al., 2021; CHESF, 2002).

Na construção da Usina PA IV, foram utilizados os seguintes tipos de concreto: concreto estrutural; concreto massa; concreto poroso; concreto projetado; concreto bombeado. Tendo em vista a falta de dados específicos para a tomada d'água, há a descrição dos traços dos concretos utilizados para a barragem, além dos dados que se encontram disponíveis para a casa de força, cujos resultados são descritos na Tabela 6 e Tabela 7, respectivamente (CHESF, 2002, 2003).

Tabela 6 – Traços dos concretos utilizados na usina PA IV de acordo com o local de aplicação (CHESF, 2002).

Local de aplicação	Estruturas de gravidade		Levemente armadas		Pilares	Resistente à abrasão	Casa de força	Fund. Vertedouro	Taludes
FATOR A/C	0,77	0,74	0,65	0,69	0,52	0,45	0,53	0,42	0,40
CIMENTO (kg/m³)	119	172	220	185	273	342	357	140	352
ADITIVO INCORP. DE AR (kg/m³)	0,07	0,103	0,16	0,111	0,218	0,342			
ADITIVO RETARD. DE PEGA (kg/m³)	0,15	0,43	0,50	0,462	0,682	0,855	0,892		
AREIA NATURAL (kg/m³)	646	569	528	560	644	518	742	140	1050
BRITA 1 (kg/m³)	235	472	471	470	620	630	1092	1400	700
BRITA 2 (kg/m³)	264	365	364	364	700	711			
BRITA 3 (kg/m³)	439	683	676	682					
BRITA 4 (kg/m³)	526								

SOMA DAS BRITAS (kg/m³)	1464	1520	1511	1516	1320	1341	1092	1400	700
TRAÇO APROX. EM MASSA	1:5:12	1:3:8	1:2:7	1:3:8	1:2:5	1:1,5:4	1:2:3	1:1:10	1:3:2

Tabela 7 – Principais resultados dos parâmetros físico-mecânicos para o concreto da casa de força – usina PA IV (Fonte: CHESF, 2003).

<b>Parâmetros</b>	<b>Número de ensaios</b>	<b>Resultado médio</b>
Peso específico (kg/dm³)	37	2,31
Resistência à compressão simples (MPa)	215	30,03
Resistência à tração por compressão diametral (MPa)	211	3,58
Módulo de elasticidade (GPa)	12	19,86
Coefficiente de Poisson	3	0,17
Índice de deterioração GRATTAN - BELLEW	6	33

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção do trabalho será descrito: metodologia utilizada para catalogação e seleção dos testemunhos; metodologia utilizada para preparação das amostras para os ensaios microanalíticos; além dos métodos, maquinários, intuito e características dos concretos analisadas especificamente em cada ensaio. Segue na Figura 1 o fluxograma resumido da pesquisa.



Figura 1 – Fluxograma experimental resumido da pesquisa (Fonte: autoria própria).

### 4.1 Catalogação dos testemunhos

De início, foram recebidas 6 caixas com os testemunhos dos concretos da barragem PA IV, todas identificadas em sua superfície com relação à empresa que executou a extração dos testemunhos e com relação à localização dos furos feitos na barragem. Os testemunhos foram fruto de perfurações para colocação de extensômetros múltiplos de haste no monitoramento da barragem realizado pela CHESF. No total, foram recebidos testemunhos extraídos de 3 pontos diferentes da barragem: “TA-EM 2”, “TA-EM 3” e “TA-EM 7”, o que significa “Tomada de água – extensômetro múltiplo de haste – localização X”, conforme exemplo da Figura 2.

Conforme Tabela 8 disponibilizada pela CHESF, nota-se que foram realizados furos para colocação de extensômetros verticais (altura da barragem) e horizontais (espessura da barragem) em vários pontos das tomadas d’água. Os furos 2 e 3 são para colocação de extensômetros verticais e o furo 7 para horizontal, com localização em planta e corte conforme Figura 3.



Figura 2 – Exemplo de informações de localização dos furos de extração dos testemunhos:  
“Furo 7 – Firma Tecnosonda – barragem PA IV” (Fonte: autoria própria).

Tabela 8 – Locação dos extensômetros múltiplos de haste na barragem de PA IV (Fonte: CHESF, 2013).

Extensômetro (EM)	Bloco	Inclinação	Haste	Comp. (m)	Elevação (m)
EM-1	B03	VERTICAL	H1	37,00	254,25
			H2	33,00	
			H3	24,00	
EM-2	B05	VERTICAL	H1	38,00	254,25
			H2	33,00	
			H3	24,00	
EM-3	B08	VERTICAL	H1	38,00	254,25
			H2	33,00	
			H3	24,00	
EM-4	B02	HORIZONTAL	H1	11,40	230,25
			H2	9,00	
EM-5	B04	HORIZONTAL	H1	11,40	230,25
			H2	9,00	
EM-6	B06	HORIZONTAL	H1	11,40	230,25
			H2	9,00	
EM-7	B07	HORIZONTAL	H1	11,40	230,25

			H2	9,00	
EM-8	B03	HORIZONTAL	H1	15,40	226,00
EM-9	B05	HORIZONTAL	H1	14,40	226,00
EM-10	B08	HORIZONTAL	H1	15,40	226,00
EM-11	B03	HORIZONTAL	H1	19,60	226,00
			H2	14,00	
EM-12	B05	HORIZONTAL	H1	15,25	226,00

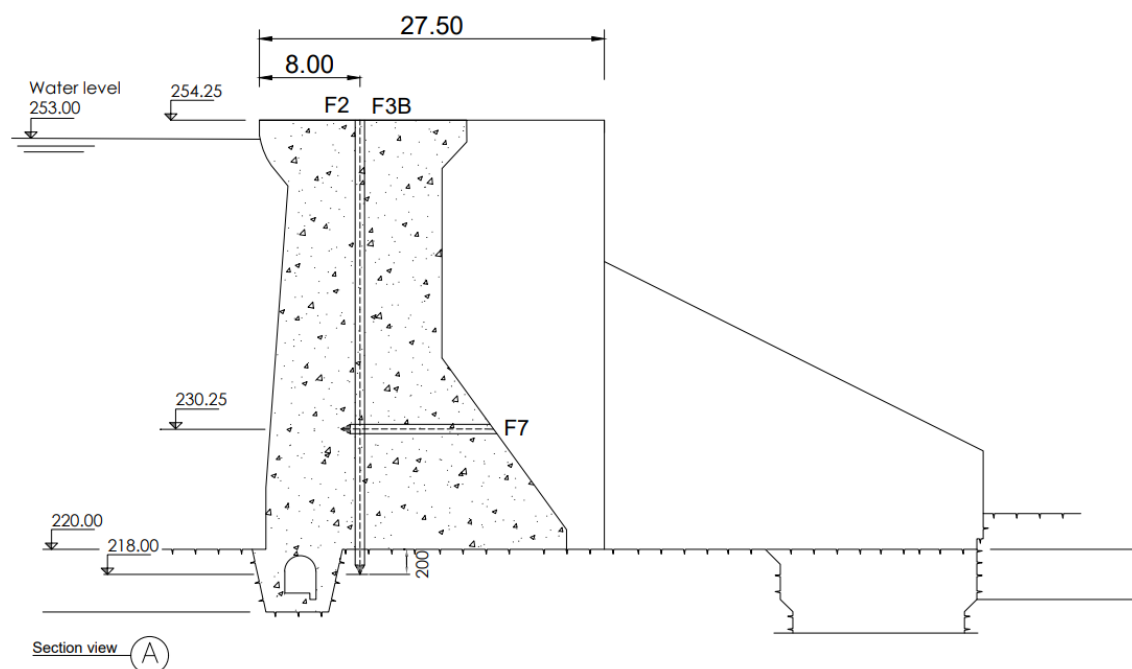
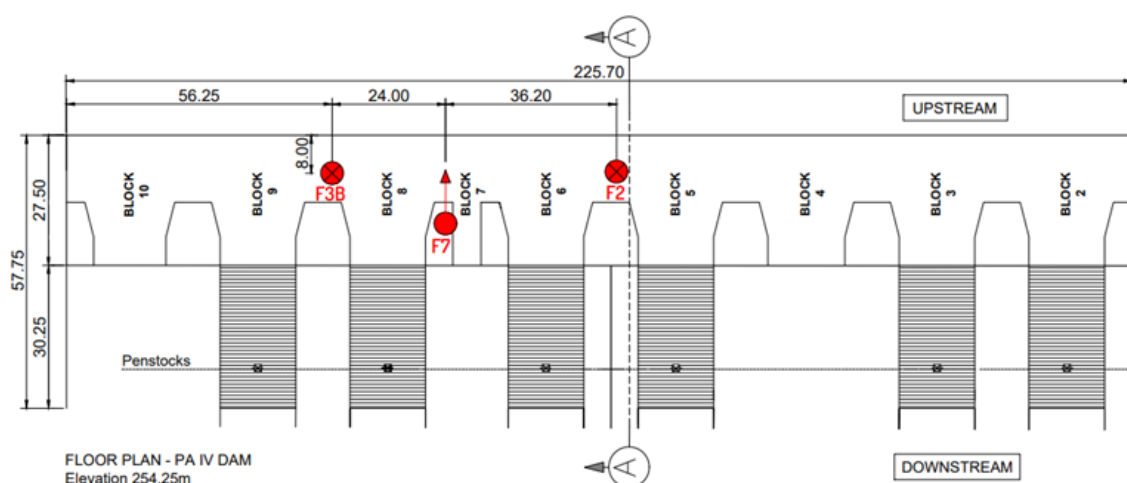


Figura 3 – Localização dos furos para instalação de extensômetros múltiplos na barragem PA IV (Fonte: autoria própria, adaptado de CHESF, 2011).



Com isso, executou-se o procedimento de catalogação dos concretos de acordo com o respectivo local do furo e seguindo sua profundidade de extração, segundo as indicações descritas dentro das caixas, conforme Figura 4. Destaca-se que, de acordo com os documentos de instrumentação disponibilizados (CHESF, 2011, 2013), entende-se que a extração dos testemunhos tenha sido feita no início da década passada.



Figura 4 – Exemplo de indicações de profundidade e sentido da extração nos testemunhos (Fonte: autoria própria).

Considerando que os testemunhos foram extraídos com 5cm de diâmetro, a catalogação dos concretos consistiu, conforme Quadro 1, para cada furo analisado, na definição do comprimento total e do comprimento útil (sendo este desconsiderando regiões fragmentadas no topo e na base dos concretos) de todas as amostras disponíveis; na determinação do peso das amostras; e, principalmente, do registro aproximado da profundidade de extração dos testemunhos, calculado como cota de fundo da amostra em questão, conforme equações (1) e (2), utilizadas para testemunhos com cotas iniciais nas caixas e para testemunhos subsequentes, respectivamente.

Quadro 1 – Exemplo da catalogação das informações dos testemunhos (Fonte: autoria própria).

FURO DE EXTRAÇÃO 2										
AMOSTRA	CAIXA	COTA NA CAIXA (m)	CATALOGAÇÃO INICIAL	CATALOGAÇÃO SECUNDÁRIA	PESO (g)	COMPRIMENTO TOTAL (cm)	COMPRIMENTO ÚTIL (cm)	COMPRIMENTO MÉDIO (cm)	COTA DE FUNDO DO TESTEMUNHO (m)	OBSERVAÇÕES
1	CAIXA 03-10	6,92	PARTE 01		1209,80	23,70	22,00	22,85	7,15	
2	CAIXA 03-10	6,92	PARTE 02		866,90	17,00	16,00	16,50	7,31	
3	CAIXA 03-10	8,02	PARTE 01		923,40	17,00	15,50	16,25	8,18	
4	CAIXA 03-10	8,02	PARTE 02	A	1241,10	23,50	22,00	22,75	8,41	
5	CAIXA 03-10	8,02	PARTE 02	B	852,10	16,50	15,00	15,75	8,57	

$$Comprimento_{MÉDIO} = \frac{Comprimento_{TOTAL} + Comprimento_{ÚTIL}}{2} \quad (1)$$

$$Cota\ de\ fundo\ do\ testemunho_{(i)} = Cota\ na\ caixa_{(i)} + Comprimento_{MÉDIO_{(i)}}$$

ou

$$Cota\ de\ fundo\ do\ testemunho_{(i)} = Cota\ de\ fundo\ do\ testemunho_{(i-1)} + Comprimento_{MÉDIO_{(i)}}$$
(2)

Com a catalogação feita, e de acordo com a localização dos furos disponíveis, buscou-se amostras com relação às cotas das profundidades em corte para cada furo de extração e, dessa forma, foram selecionadas amostras mais próximas à cota de elevação superior (254,25m) e amostras mais próximas à cota de elevação inferior (218,00m), conforme Figura 3, para caracterização microestrutural e futura análise comparativa.

## 4.2 Preparação das amostras para as microscopias e espectroscopias

Será descrito neste tópico a metodologia de preparação das amostras para execução das microscopias e espectroscopias.

De início, foi feito um primeiro corte nos testemunhos, por meio de uma serra circular modelo CONTENCO I-3056 do LABEME-UFPB, conforme Figura 5, com o intuito de regularizar a superfície das amostras e reduzir a espessura dos testemunhos cilíndricos para em torno de 5cm, permitindo, dessa forma, seu uso em ensaios microestruturais futuros.



Figura 5 – Serra circular e espessura desejada das amostras (Fonte: autoria própria).

A partir disso, seguiu-se os passos descritos no fluxograma da Figura 6, sendo apresentados os princípios resumidos de cada etapa.



Figura 6 – Fluxograma de preparação das amostras para microscopias e espectroscopias (Fonte: autoria própria).

Para a etapa de corte lento das amostras, as quais estavam inicialmente com 5 cm de espessura, foi utilizado o *cutoff* do Laboratório de Solidificação Rápida (LSR) do CT-UFPB, máquina Strues Minitom. Metodologicamente: adaptou-se o molde de inserção da máquina para acoplamento dos testemunhos com 5 cm de diâmetro; utilizou-se óleo mineral como líquido lubrificante do processo; realizou-se o corte à 350 rpm com o objetivo de reduzir a espessura das amostras para em torno de 2,5 cm, além de regularizar a superfície da mesma.

Para a etapa de lixamento das amostras, foram utilizadas lixas d'água números 400, 600 e 1200, sendo aplicadas em duas direções perpendiculares sobre a superfície dos testemunhos de concreto, partindo da mais rugosa (nº 400) para a mais lisa (nº 1200). O intuito desta etapa é, de forma preliminar, planificar e corrigir superficialmente as amostras, permitindo o futuro polimento eficiente das mesmas.

Para a etapa de polimento, foi utilizado a politriz PLF FORTEL do Laboratório de siderurgia (LASID) do CT-UFPB. Inicialmente, preparou-se panos de polimento metalográfico com pastas diamantadas de 3, 1 e 1/4  $\mu\text{m}$ ; após isso, realizou-se o polimento das amostras por 3 minutos partindo da pasta mais rugosa (3  $\mu\text{m}$ ) para a menos rugosa (1/4  $\mu\text{m}$ ); entrementes, ao término de cada polimento em cada granulometria de pasta diamantada, aplicou-se nas amostras um ciclo (480 segundos) de banho ultrassônico com

álcool isopropílico, no intuito de retirar impurezas e resíduos para, assim, prosseguir com o polimento até o fim. O propósito desta etapa é retificar microscopicamente a superfície das amostras, permitindo melhor visualização dos materiais e fases no MEV.

Por fim, na última etapa, foi feita uma aplicação de resina a frio para selamento da superfície lateral e posterior das amostras, no intuito de tornar mais rápido o ensaio do MEV, visto que a amostra é submetida a um grau de vácuo no equipamento.

Segue na Figura 7 imagens das máquinas e materiais utilizados em cada etapa. Vale ressaltar que, entre uma etapa e outra da preparação de amostras para o MEV, foi aplicado novamente um ciclo de banho ultrassônico com álcool isopropílico, conforme fluxograma da Figura 6.



(a) Corte lento



(b) Lixamento



(c) Polimento



(d) Aplicação de resina



(e) Banho ultrassônico

Figura 7 – Equipamentos e materiais utilizados na preparação de amostras para as microscopias e espectroscopias (Fonte: autoria própria).

### 4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Com as amostras preparadas, realizou-se a setorização das mesmas para análise microscópica. Para isso, seguiu-se a ideia mostrada na Figura 8, na qual as amostras foram mapeadas em quadrados de 1cm x 1cm, respaldando a abertura máxima de visualização do microscópio, conforme parâmetros inseridos para microscopia.

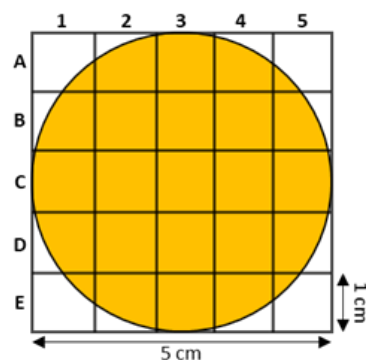


Figura 8 – Metodologia de setorização das amostras para MEV (Fonte: autoria própria).

Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 450, o qual apresenta uma câmara ambiental, Peltier e EDS. A análise foi realizada em modo de alto vácuo (em torno de  $10^{-3}$  Pa), tensão de filamento de 20 kV e uma distância de trabalho em torno de 10 mm.

#### 4.4 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS)

Por meio de um detector XFlash 630M suplementar ao equipamento MEV, foi realizado o EDS das amostras, buscando identificar as composições das fases pontuais encontradas nas microscopias. Para isso, decidiu-se por padronizar o ensaio, buscando selecionar fases nos agregados e fases na matriz cimentícia, com o intuito de se ter inicialmente uma análise geral dos dados obtidos.

Posteriormente, foi realizado a análise em separado dos pontos escolhidos, focando nas fases de produtos hidratados cimentícios e nas fases alcalinas direcionadas ao gel de RAS, conforme fluxograma da Figura 9.

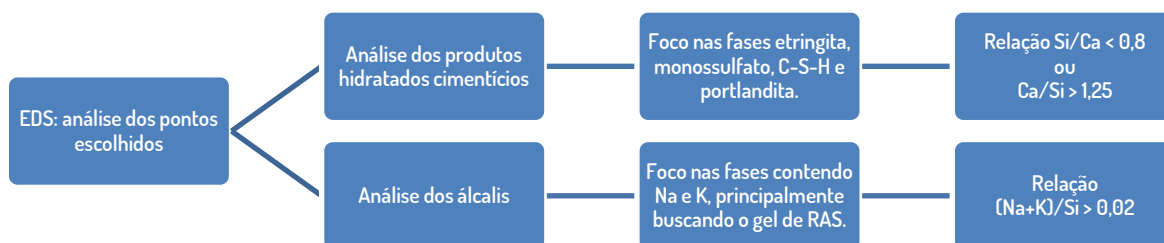


Figura 9 – Fluxograma para análise dos pontos escolhidos das amostras por EDS (Fonte: autoria própria).

Para a análise dos produtos hidratados cimentícios, considerando que o C-S-H apresenta fases variadas e composições estequiométricas distintas, optou-se por filtrar os pontos selecionados para aqueles em que a relação  $\text{Si}/\text{Ca} < 0,8$  ou  $\text{Ca}/\text{Si} > 1,25$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014; RICHARDSON, 2008; TAYLOR, 1997). Dessa forma, conforme Figura 10, garante-se que a maioria dos pontos direcionados para o C-S-H, etringita (AFt), monossulfatos (AFm) e portlanditas sejam selecionados.

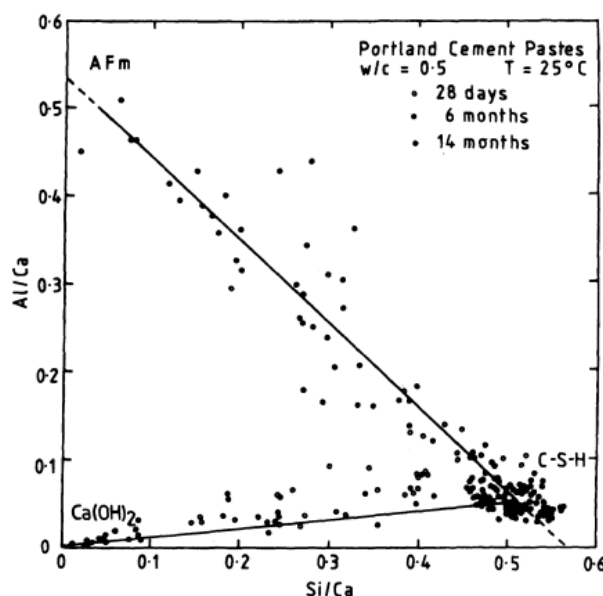


Figura 10 – Relações de Al/Ca e Si/Ca para microanálises típicas de pastas de cimento Portland (Fonte: TAYLOR, 1997).

No caso da análise dos álcalis, o foco será direcionado para as prováveis fases do gel de RAS. Considerando que a composição do gel em concretos de campo encontra-se tipicamente na faixa entre 0,05-0,60  $(\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O})/\text{SiO}_2$  de relação molar (HOU; STRUBLE; KIRKPATRICK, 2004), optou-se por filtrar os pontos selecionados do EDS para aqueles com relação  $(\text{Na}+\text{K})/\text{Si} > 2\%$ , o que garante a presença mínima de álcalis.

#### 4.5 Multi-Analysis Zonning Expert (MAZE)

Após a execução do MEV e EDS, seguiu-se para a quantificação visual das microscopias por meio do auxílio do software MAZE. Para isso, foi necessário definir a quantidade de classes a se utilizar no programa. Pela análise de imagens microscópicas, notou-se que os concretos de cimento Portland apresentam no mínimo 4 fases físicas distintas:



- Vazios, fissuras e poros (defeitos na imagem);
- Agregados;
- Matriz cimentícia de coloração mais clara (light gray products);
- Matriz cimentícia de coloração mais escura (dark gray products).

Dessa forma, com as imagens escolhidas, foi feito o processamento pelo MAZE utilizando 4 classes e obtendo assim a quantificação de agregados, produtos hidratados e defeitos encontrados.

#### 4.6 Difração de raios X (DRX)

Para a realização do DRX, como o ensaio é feito com o material em pó, será descrito neste tópico a metodologia de preparação para a obtenção do material ensaiado. Para isso, selecionou-se as amostras de mesma face dos testemunhos cortados lentamente, conforme Figura 6, porém que não foram utilizadas para as microscopias, no intuito de correlacionar os dados encontrados entre os ensaios. Seguiu-se os passos descritos no fluxograma da Figura 11, sendo apresentados os princípios resumidos de cada etapa.

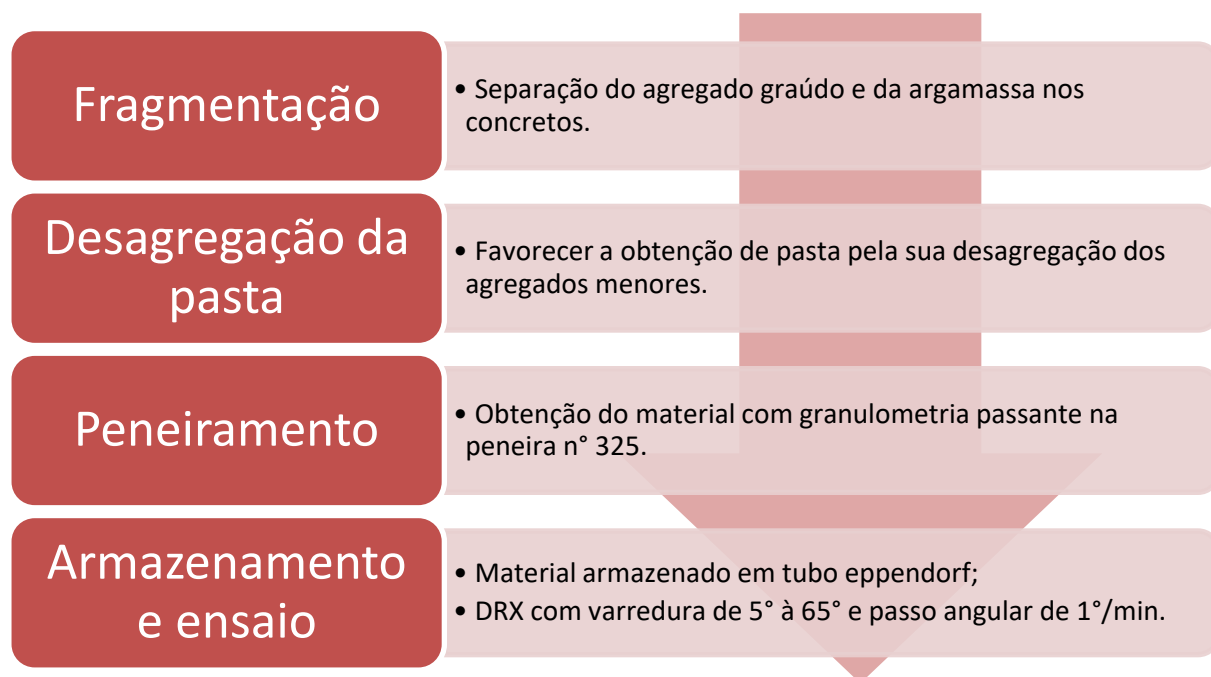


Figura 11 – Fluxograma de preparação das amostras para DRX (Fonte: autoria própria).

Para a etapa de fragmentação das amostras, utilizou-se uma placa e barra de aço para separação dos agregados graúdos e da argamassa por meio de batidas lentas, conforme Figura 12 (a). O intuito principal desta etapa é permitir a desagregação da argamassa dos visivelmente maiores agregados para, assim, continuar o processo de cominuição.

Na etapa de desagregação da pasta, utilizou-se de um almofariz e pistilo para permitir, por meio de movimentos leves e circulares durante um ciclo de 10 minutos, a separação da pasta dos agregados menores por inércia, conforme Figura 12 (b).

Para a etapa de peneiramento, formou-se uma malha com peneiras nº 100, 200 e 325, o que permitiu utilizar, assim, um agitador de peneiras durante um ciclo de 3 minutos, conforme Figura 12 (c). O propósito final era obter um material passante na peneira nº 325, o qual seria utilizado para o DRX.

Por fim, com a amostra pulverulenta obtida conforme Figura 12 (d), foram armazenadas em tubos eppendorf e transportadas para realização do ensaio DRX em um difratômetro da marca BRUKER, modelo D8, localizado no laboratório NEPEM-UFPB. Os espectros do ensaio foram obtidos sob as seguintes condições: varredura ( $2\theta$ ) de  $5^\circ$  a  $65^\circ$  e passo angular de  $1^\circ$  por minuto. Além disso, após a obtenção do difratograma, aplicou-se o refinamento Rietveld por meio do software DIFFRAC.TOPAS com o propósito de se obter a análise quantitativa das fases cristalinas e minerais encontradas no DRX dos concretos.



(a) Fragmentação



(b) Desagregação  
da pasta

(c) Peneiramento

(d) Material para  
ensaio

Figura 12 – Equipamentos e materiais utilizados na preparação de amostras para o DRX  
(Fonte: autoria própria).



#### **4.7 Análise microestrutural das amostras selecionadas**

Pela execução do MEV e EDS será possível analisar a microestrutura das amostras com relação à presença de macroporos e microporos, fissuras, fases agregadas e fases presentes na matriz cimentícia, como também identificar manifestações patológicas. Além disso, com o auxílio do software MAZE desenvolvido em parceria com a CHESF, será possível calcular digitalmente as porcentagens encontradas de agregados, produtos hidratados e defeitos das microscopias. Os resultados serão comparados entre as amostras de acordo com a influência da profundidade de extração.

Pela execução do EDS e DRX será possível, por meio da apresentação de gráficos e discussões referentes, identificar e realizar uma microanálise das fases constituintes na matriz cimentícia, correlacionando-as com as fases encontradas em concretos de barragens e principalmente naqueles em que ocorreu a manifestação da RAS.

Por fim, será possível quantificar as fases cristalinas por meio do refinamento Rietveld-DRX e verificar a compatibilidade da relação cimentícia/mineral encontrada para as matrizes cimentícias das amostras com aquela original calculada de acordo com o traço utilizado para a execução da barragem PA IV.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Seleção dos testemunhos

Com a catalogação executada dos testemunhos e de acordo com as elevações em corte, selecionou-se amostras próximas ao topo e ao fundo da extração para análise e comparação de sua microestrutura. Segue na Tabela 9 e Figura 13 as amostras selecionadas:

Tabela 9 – Amostras selecionadas de concreto da barragem PA IV (Fonte: autoria própria).

Amostra	Furo de extração	Local	Profundidade aprox. em corte a partir da cota de elevação 254,25m (m)	Distância aprox. à montante da barragem (m)
F2-11m	Furo 2	Estruturas de gravidade	11	6,20
F3B-11m	Furo 2	Estruturas de gravidade	11	6,20
F2-36m	Furo 3B	Estruturas de gravidade	36	7,50
F3B-31m	Furo 3B	Estruturas de gravidade	31	7,50
F7-24m	Furo 7	Estruturas de gravidade	24	8,50

Vale ressaltar que, para o furo 7, como o mesmo apresenta direção de extração horizontal em planta (perpendicular às faces da barragem, em corte), selecionou-se apenas uma amostra. Mesmo assim, sua escolha é relevante para o estudo, pois sua profundidade de corte a partir da cota de elevação 254,25m, como também sua distância à montante da barragem, podem ser consideradas próximas das amostras F2-36m e F3B-31m.

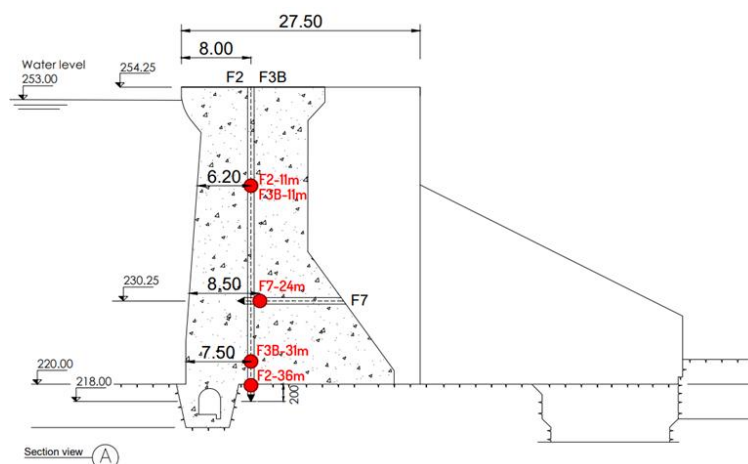
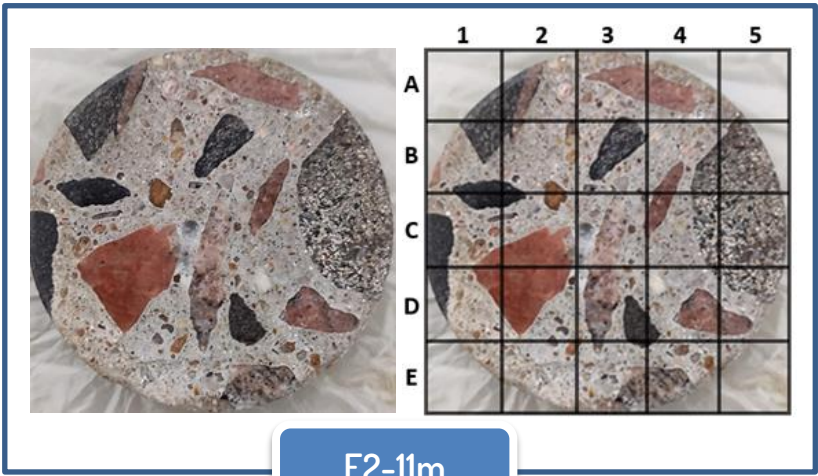
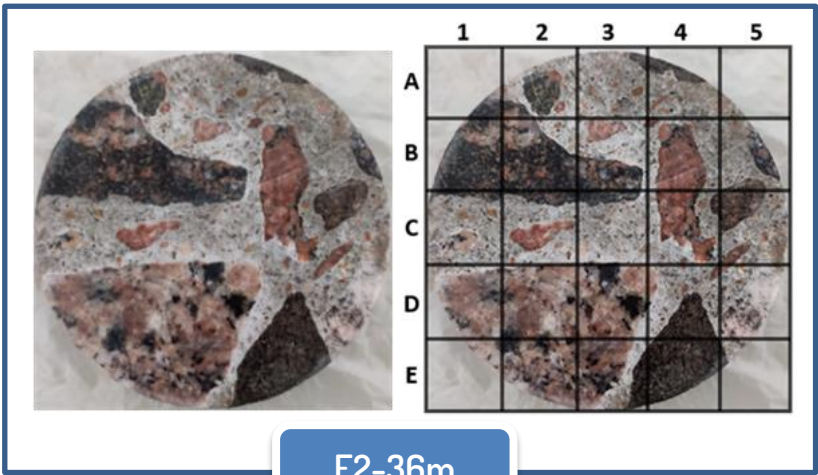


Figura 13 – Localização em corte das amostras selecionadas (Fonte: autoria própria)

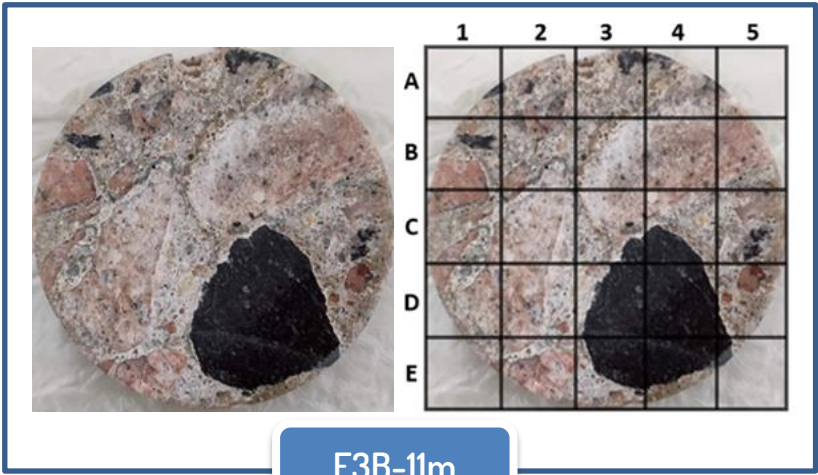
Assim, segue na Figura 14 as imagens das amostras após preparação para os ensaios microanalíticos:



F2-11m



F2-36m



F3B-11m

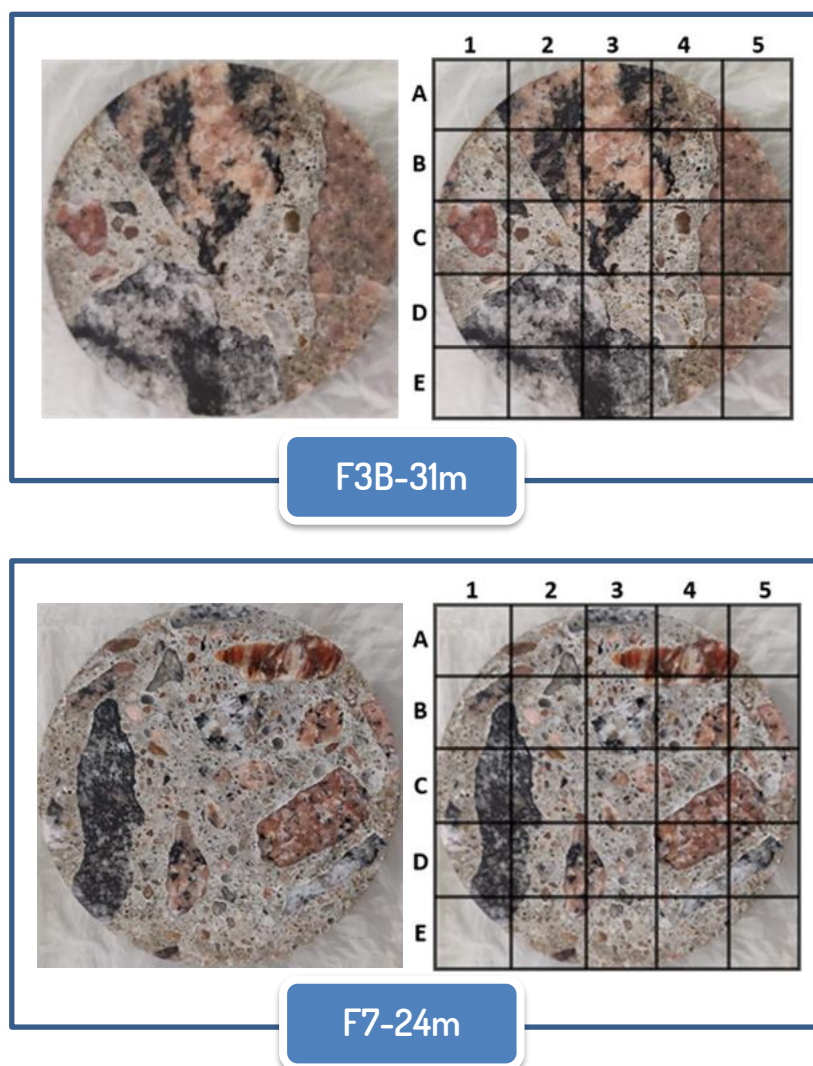


Figura 14 – Amostras selecionadas dos testemunhos de concreto de acordo com a profundidade de extração (Fonte: autoria própria).

## 5.2 Microscopias e espectroscopias

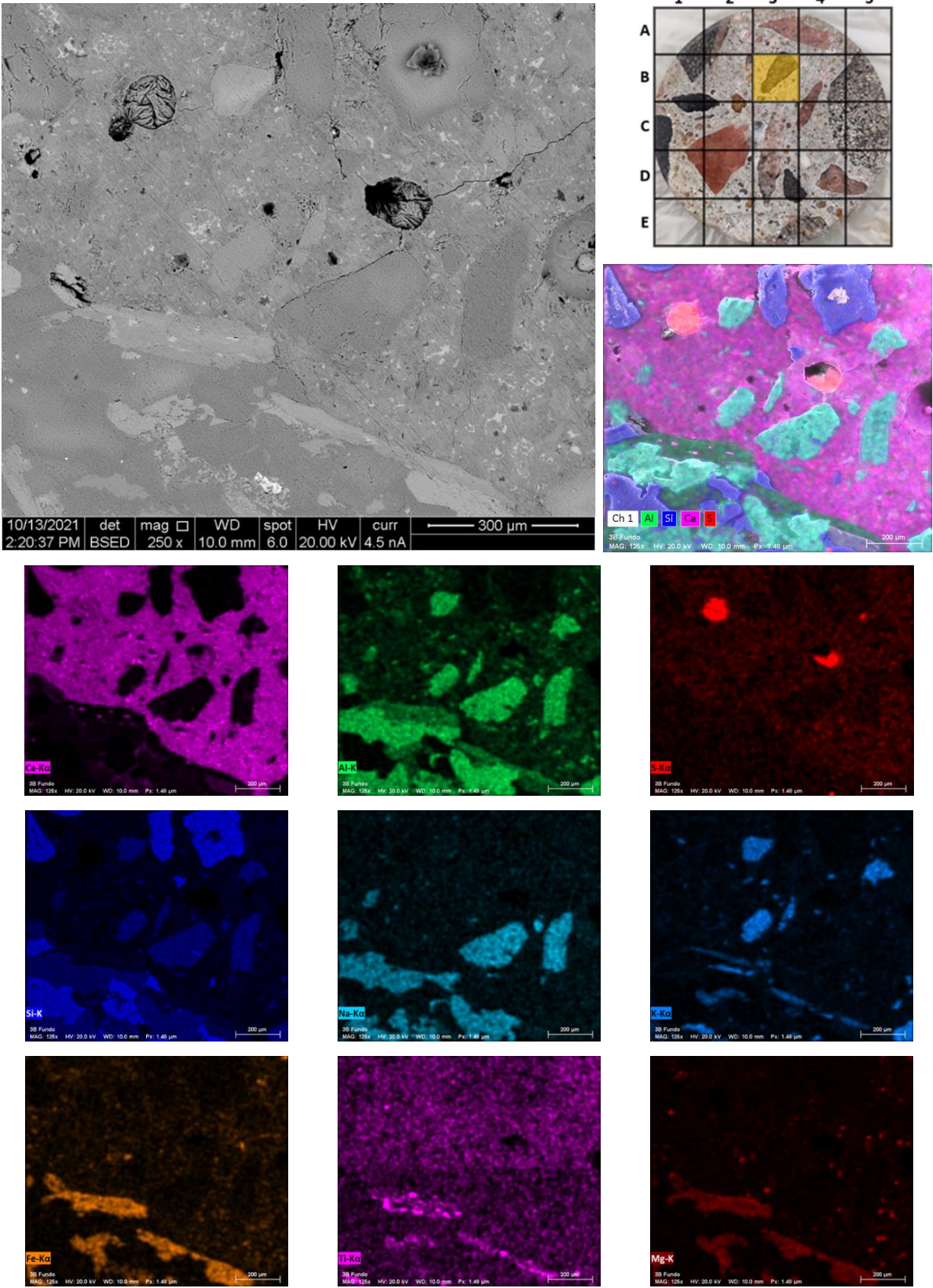
Segue abaixo as microscopias e espectroscopias realizadas nas amostras dos testemunhos.

Além disso, pela praticidade de exposição, optou-se por apresentar os ensaios na forma de imagens e, ao final, realizar uma discussão geral sobre os resultados iniciais encontrados.



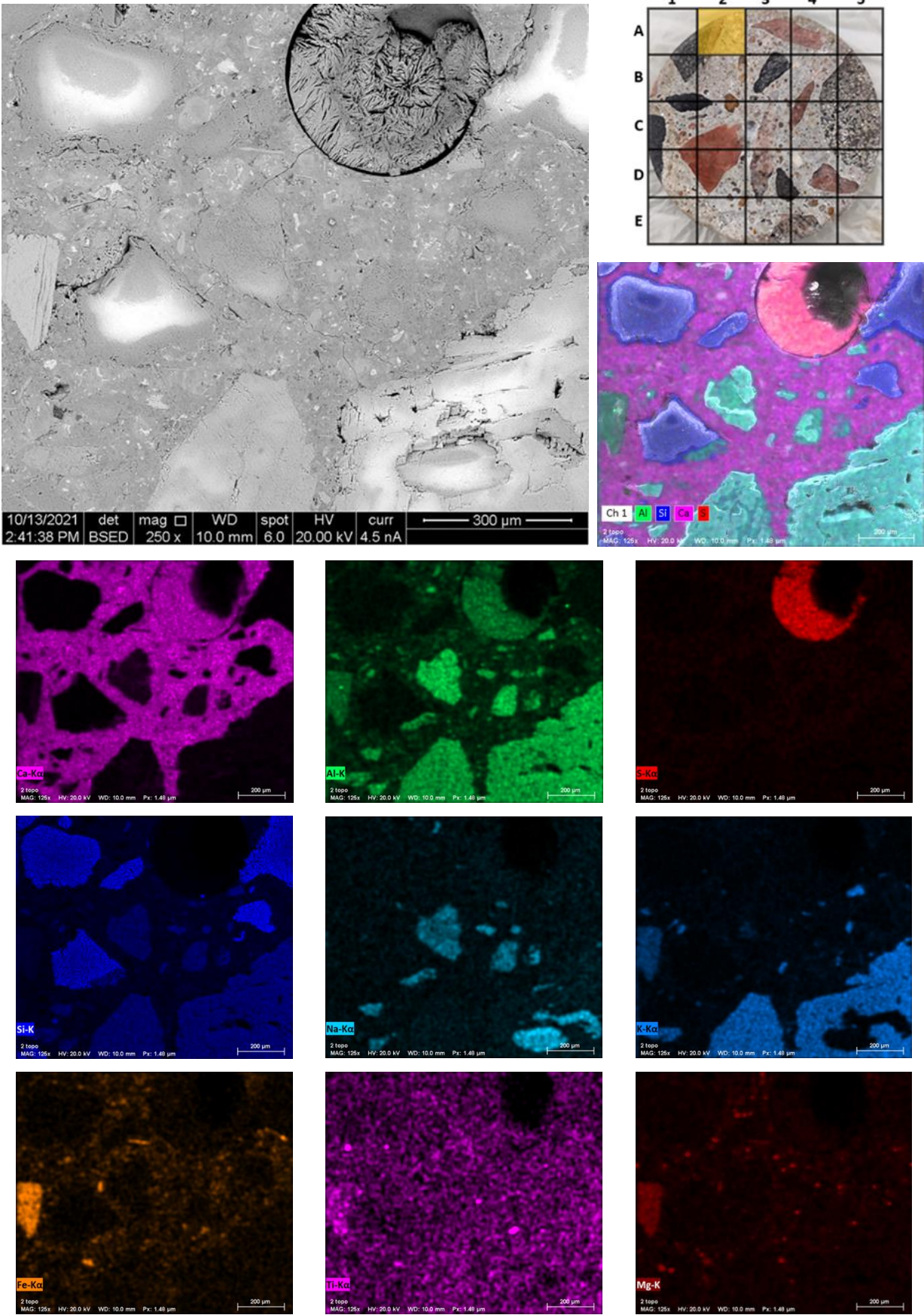
5.2.1 AMOSTRA F2-11m

5.2.1.1 Imagem 01 – setor B3





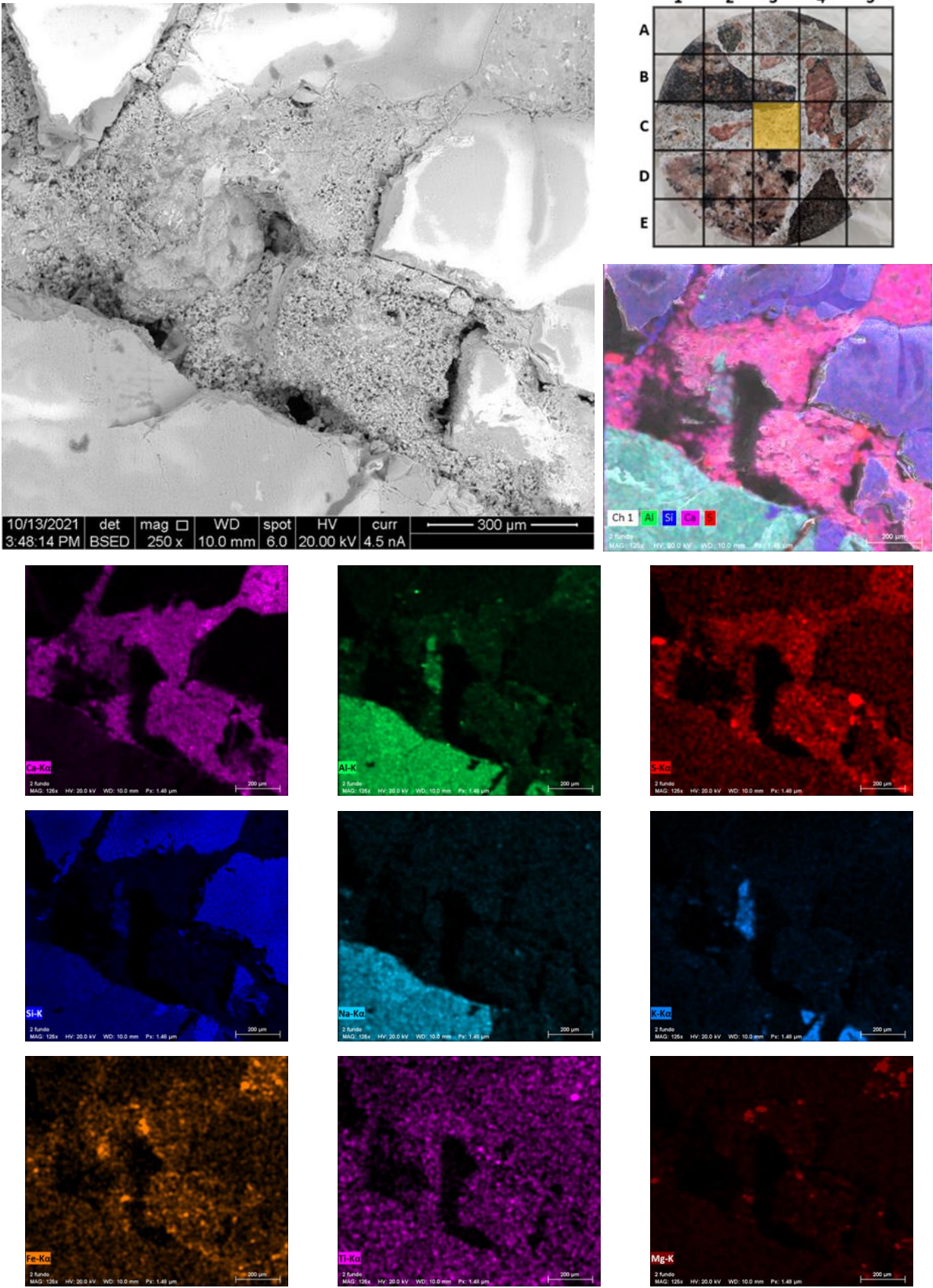
5.2.1.2 Imagem 02 – setor A2





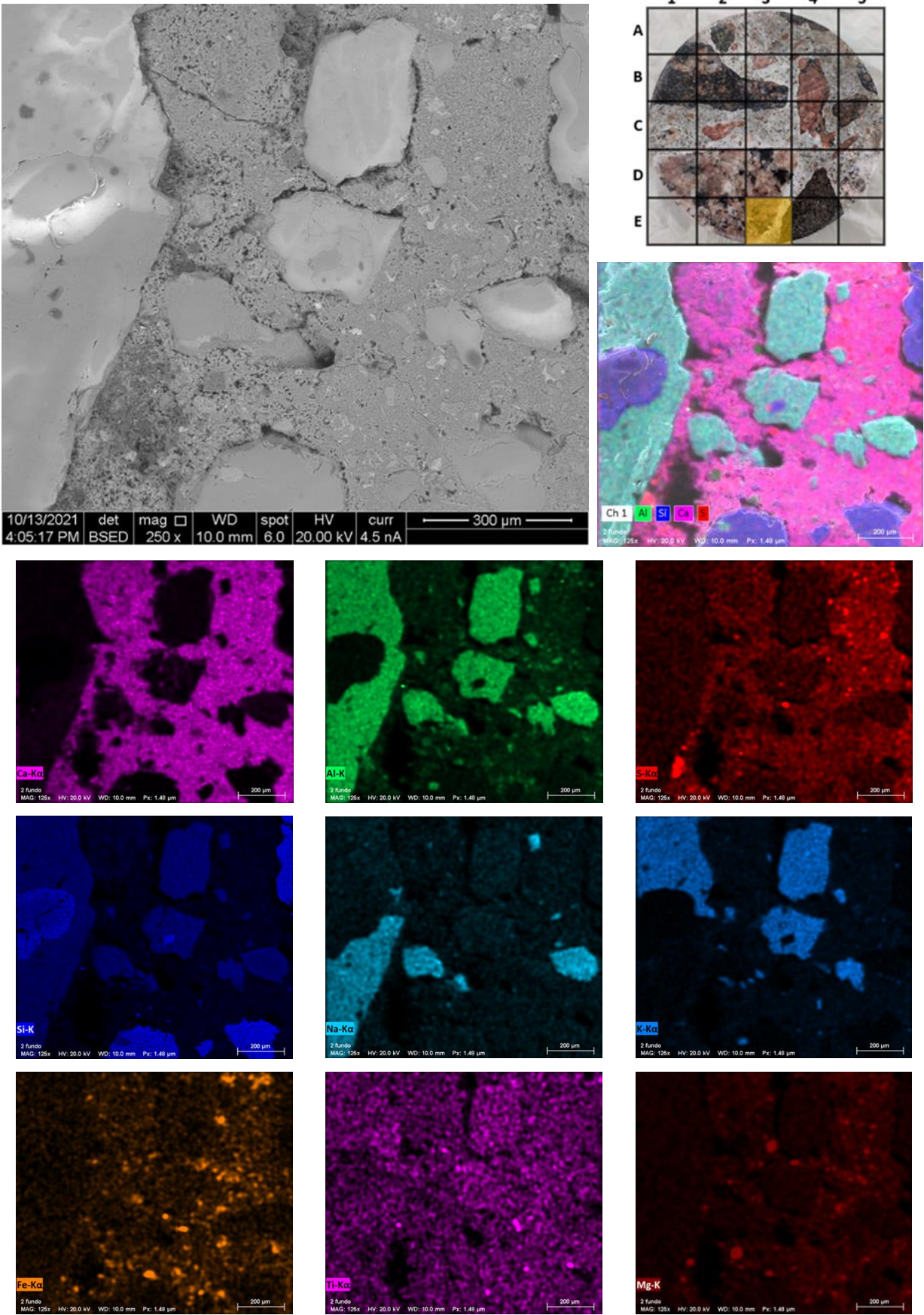
5.2.2 AMOSTRA F2-36m

5.2.2.1 Imagem 01 – setor C3





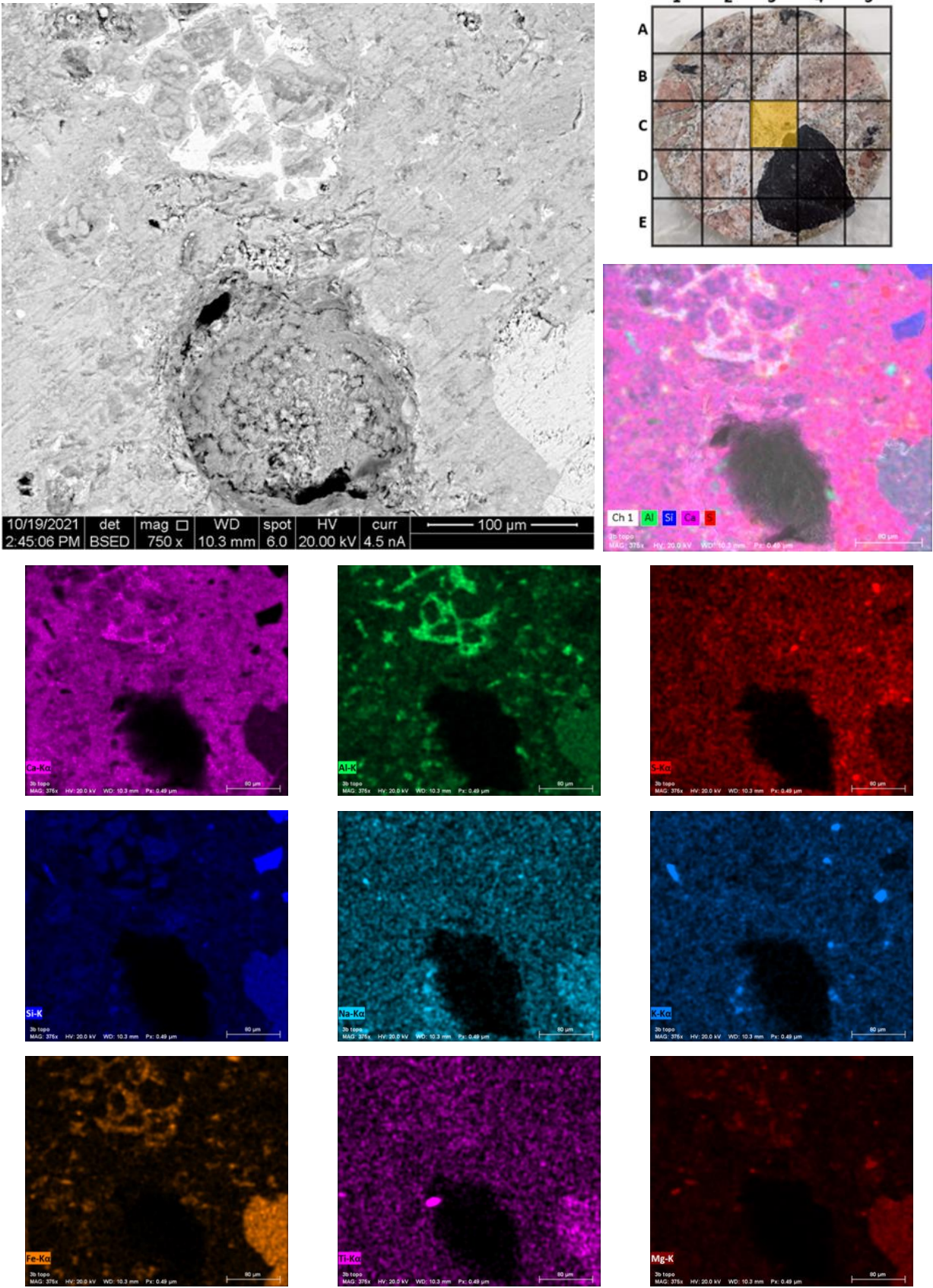
5.2.2.2 Imagem 02 – setor E3





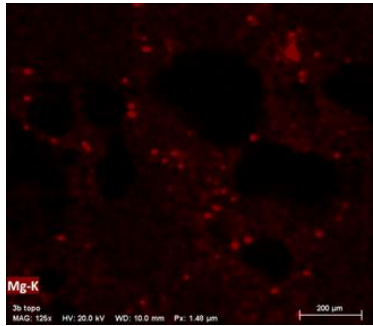
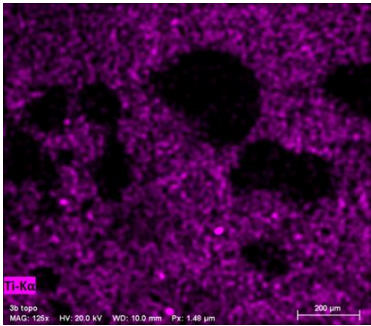
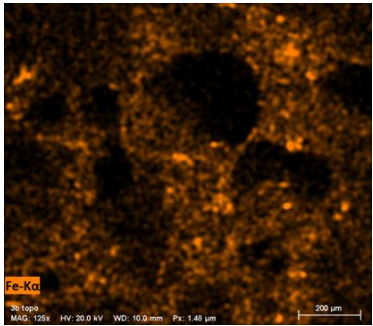
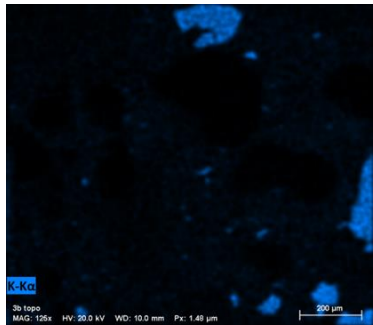
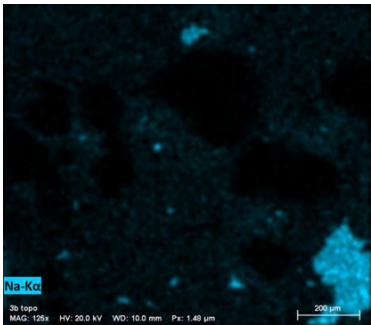
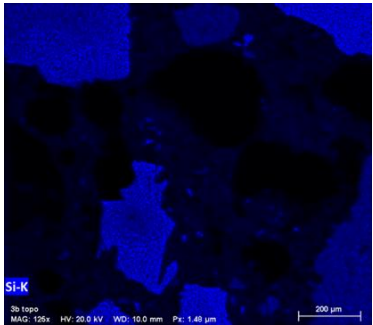
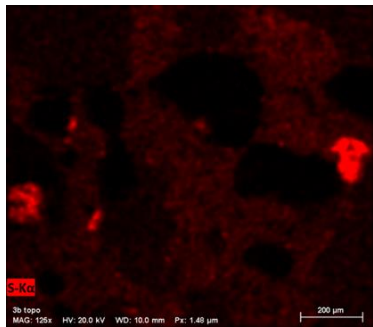
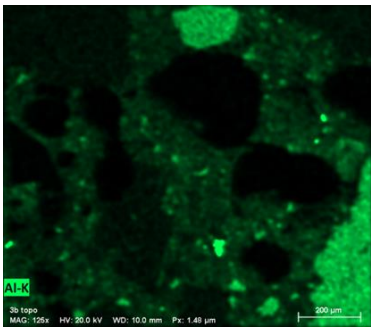
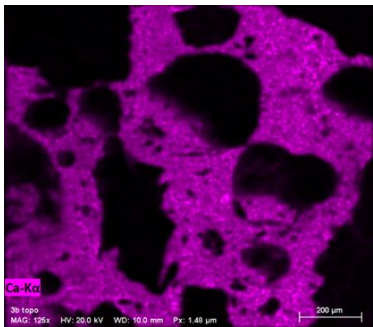
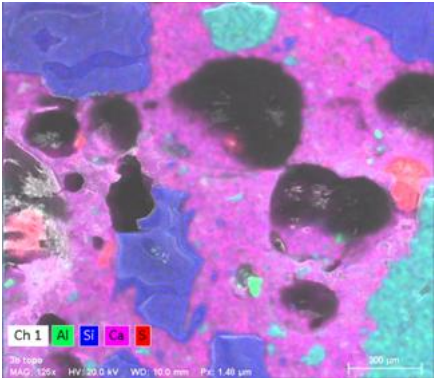
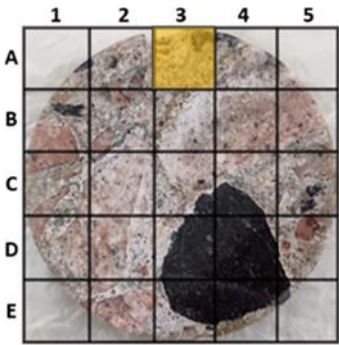
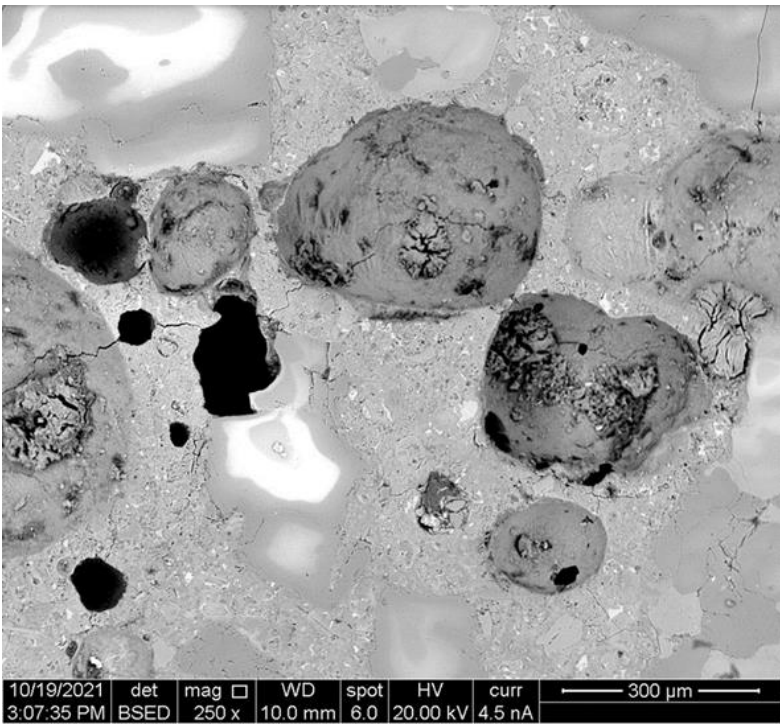
5.2.3 AMOSTRA F3B-11m

5.2.3.1 Imagem 01 – setor C3



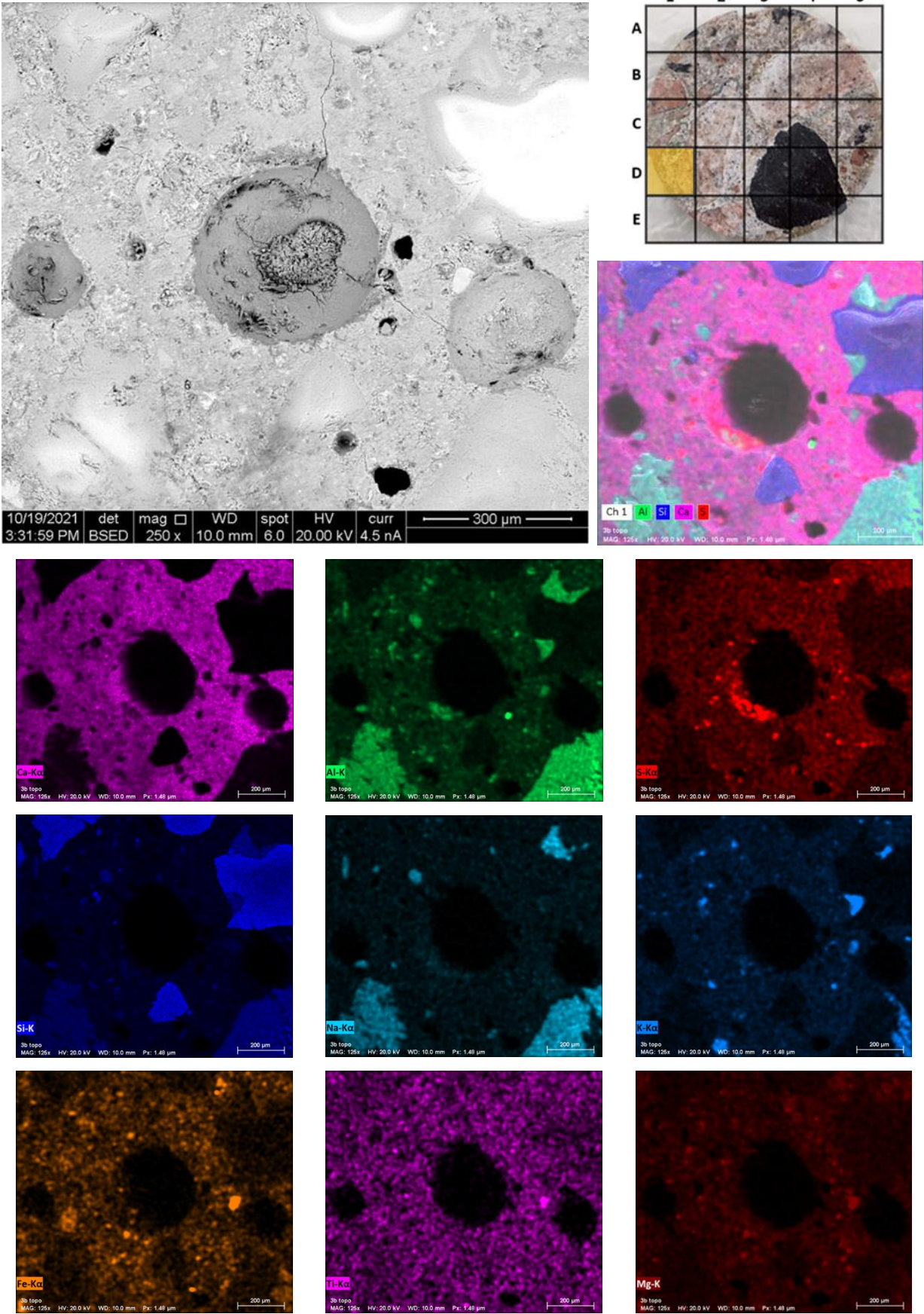


5.2.3.2 Imagem 02 – setor A3





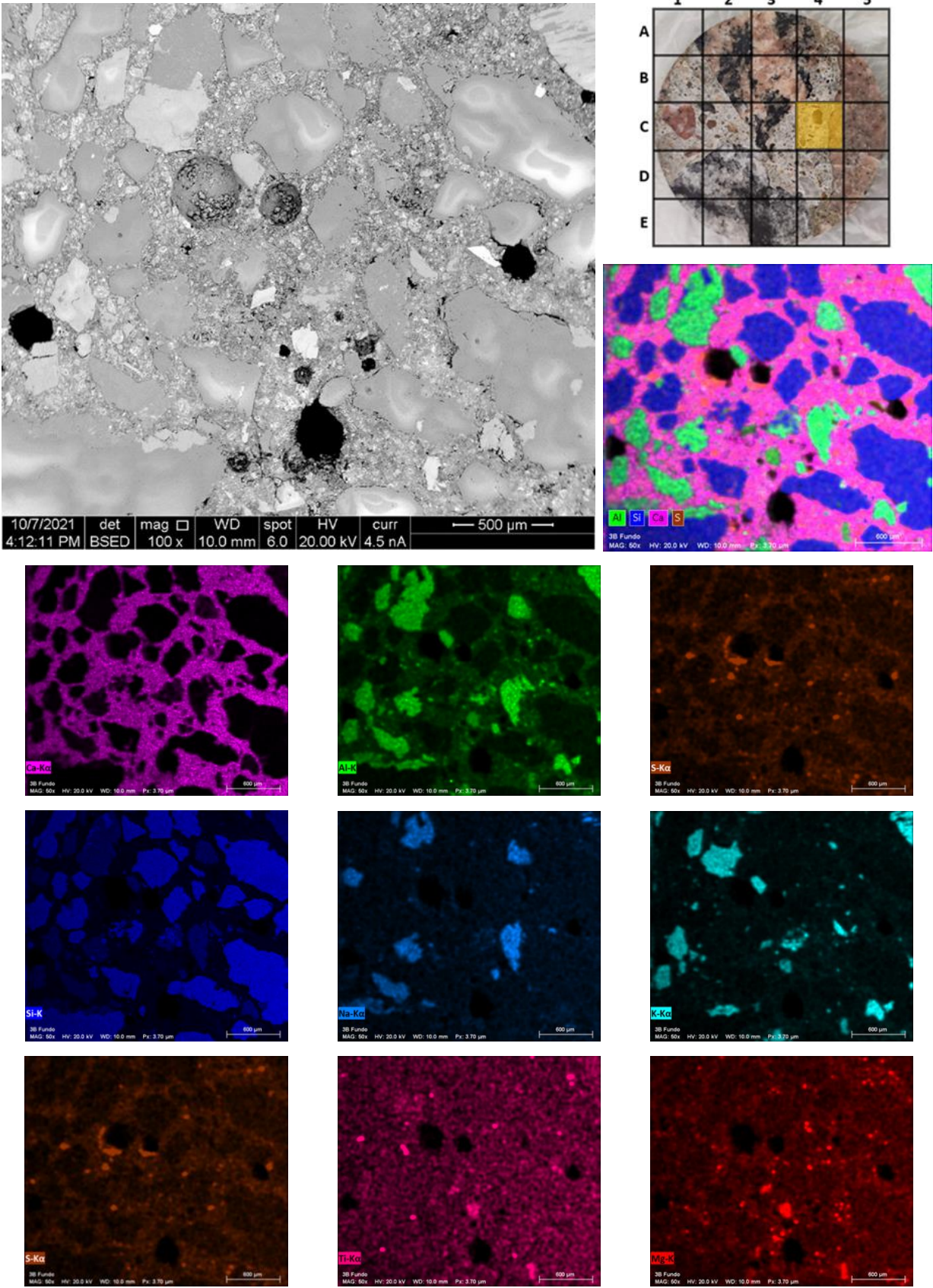
5.2.3.3 Imagem 03 – setor D1





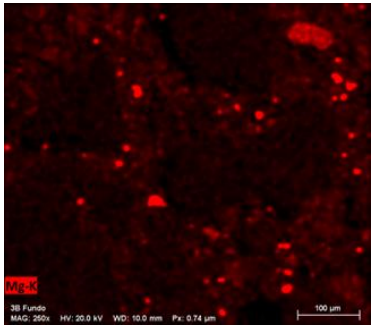
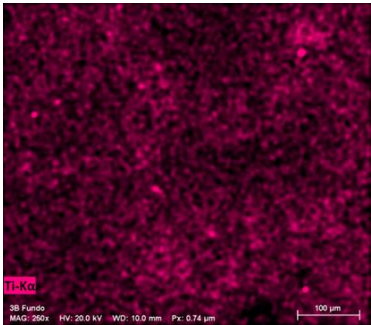
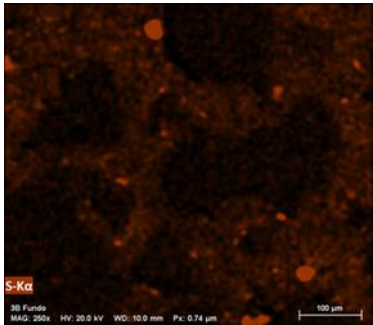
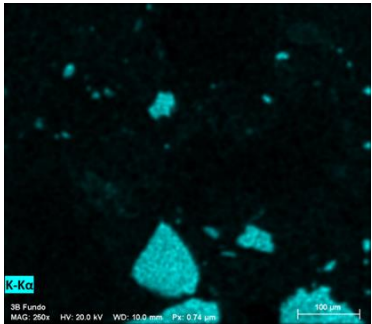
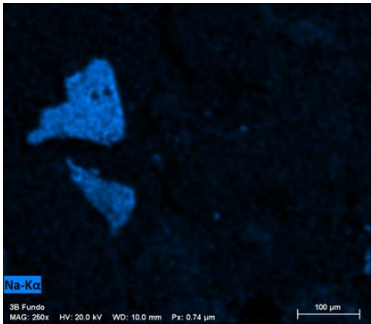
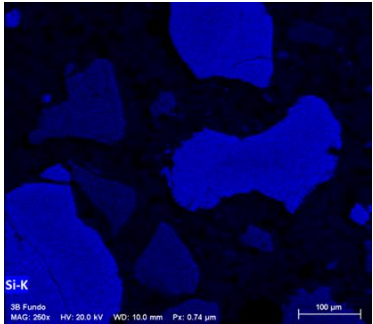
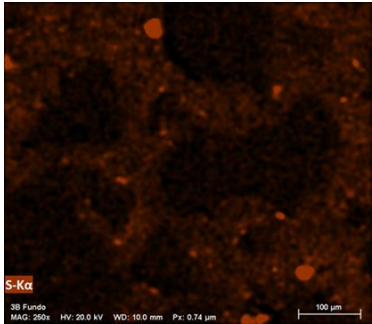
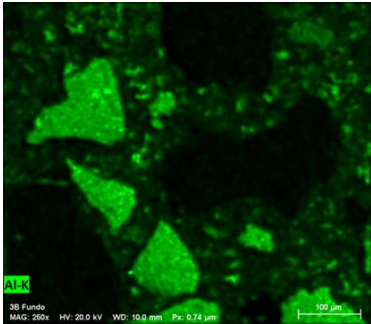
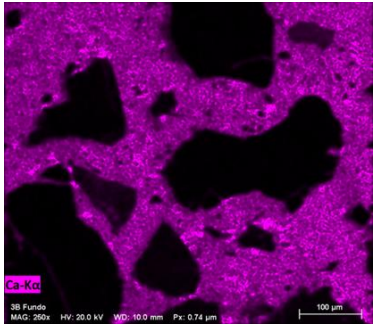
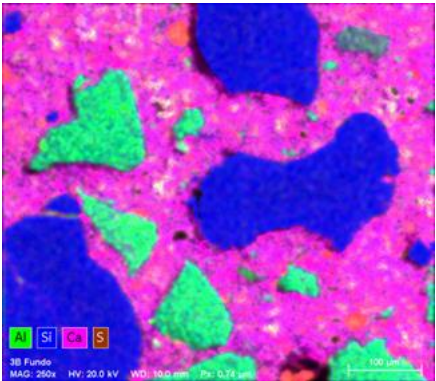
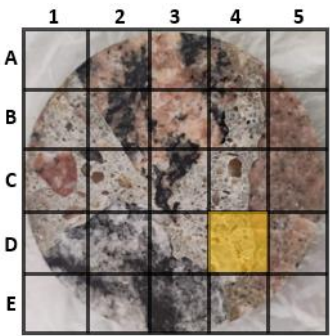
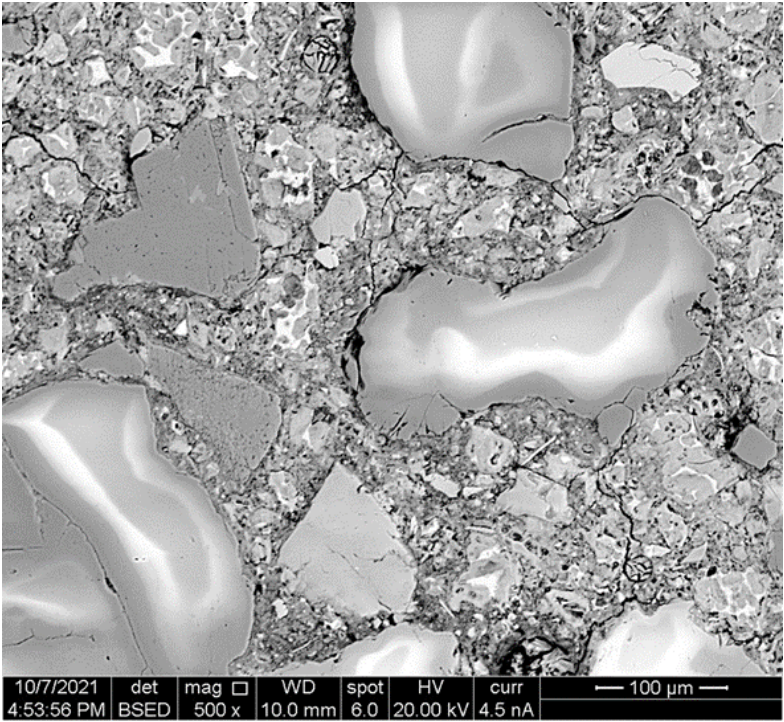
5.2.4 AMOSTRA F3B-31m

5.2.4.1 Imagem 01 – setor C4



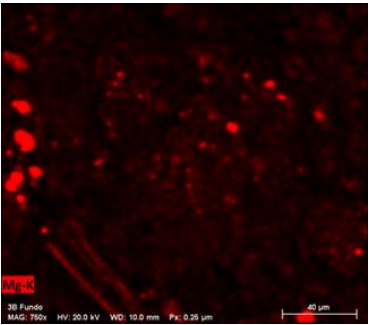
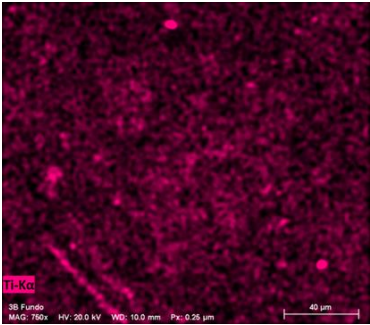
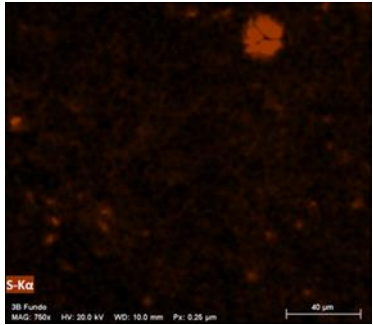
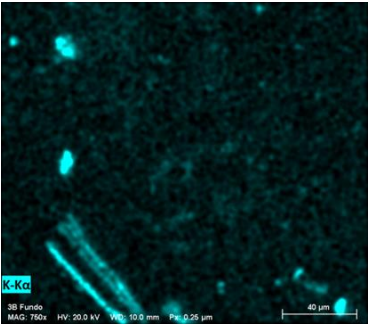
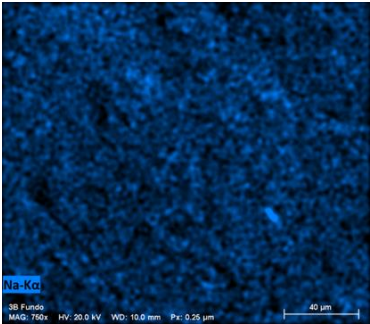
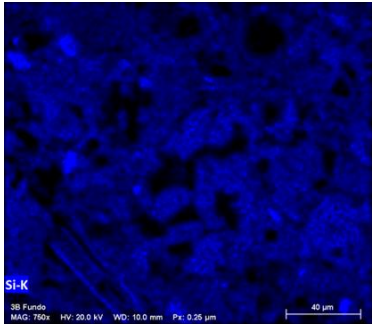
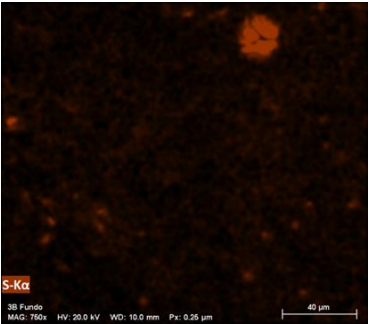
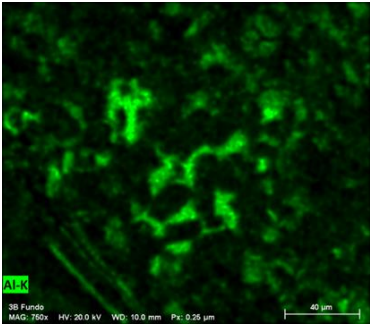
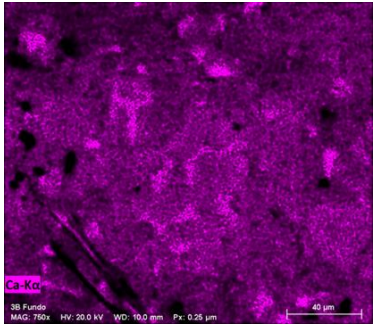
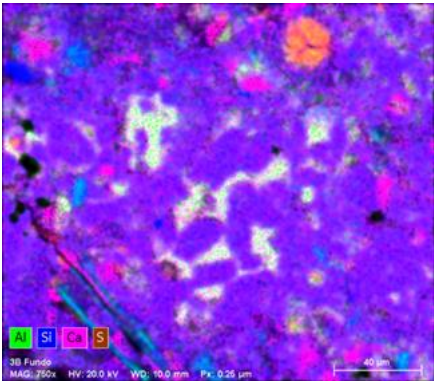
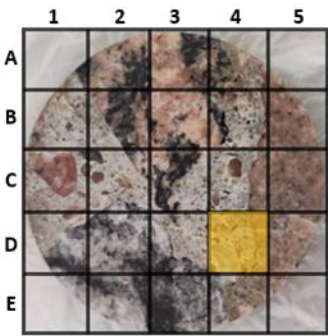
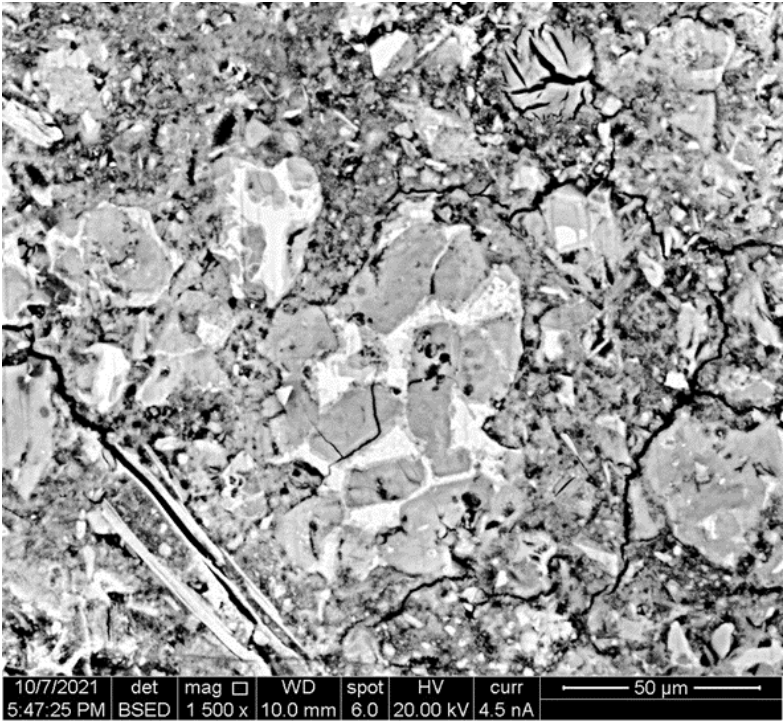


5.2.4.2 Imagem 02 – setor D4





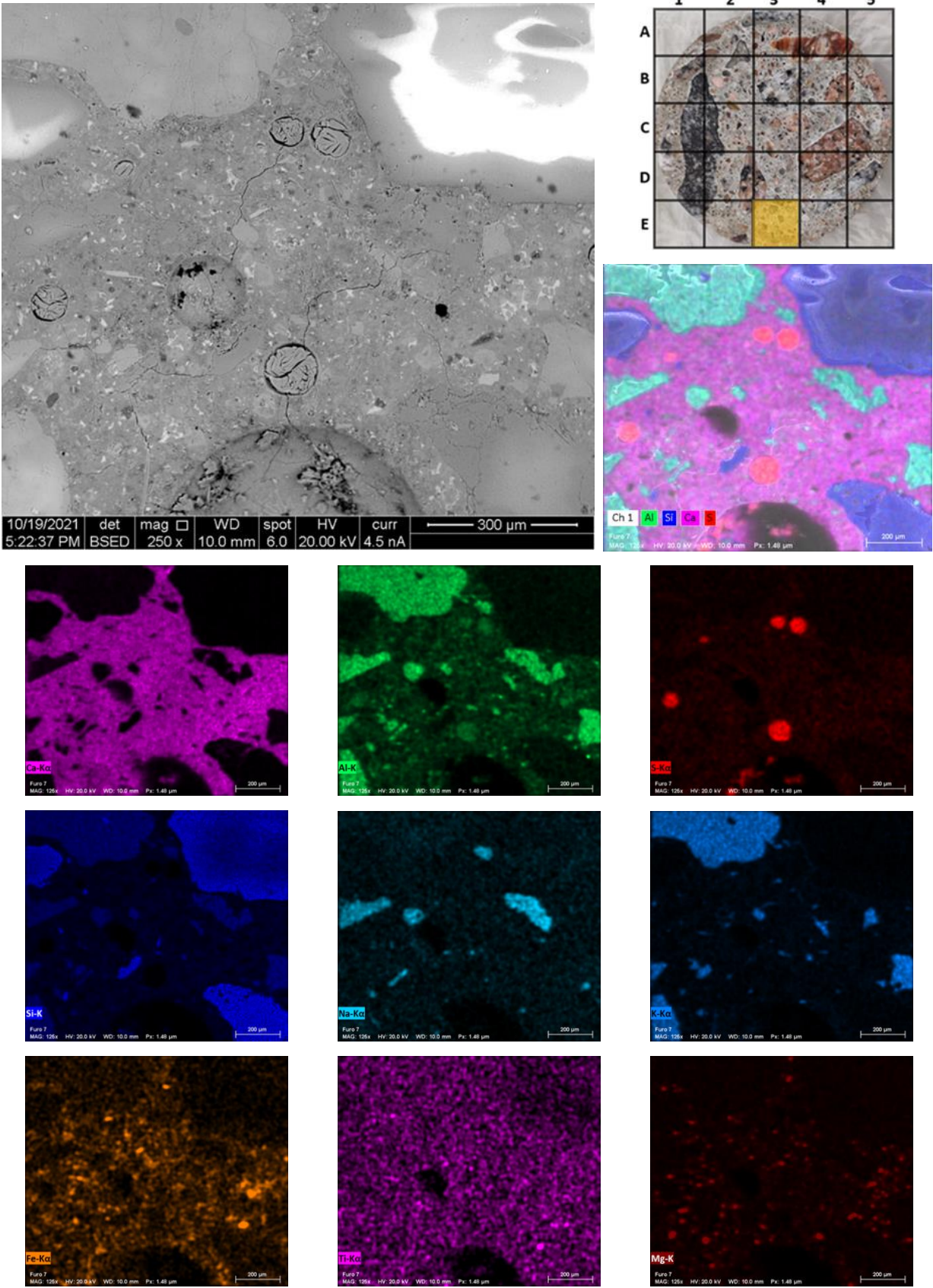
5.2.4.3 Imagem 03 – setor D4





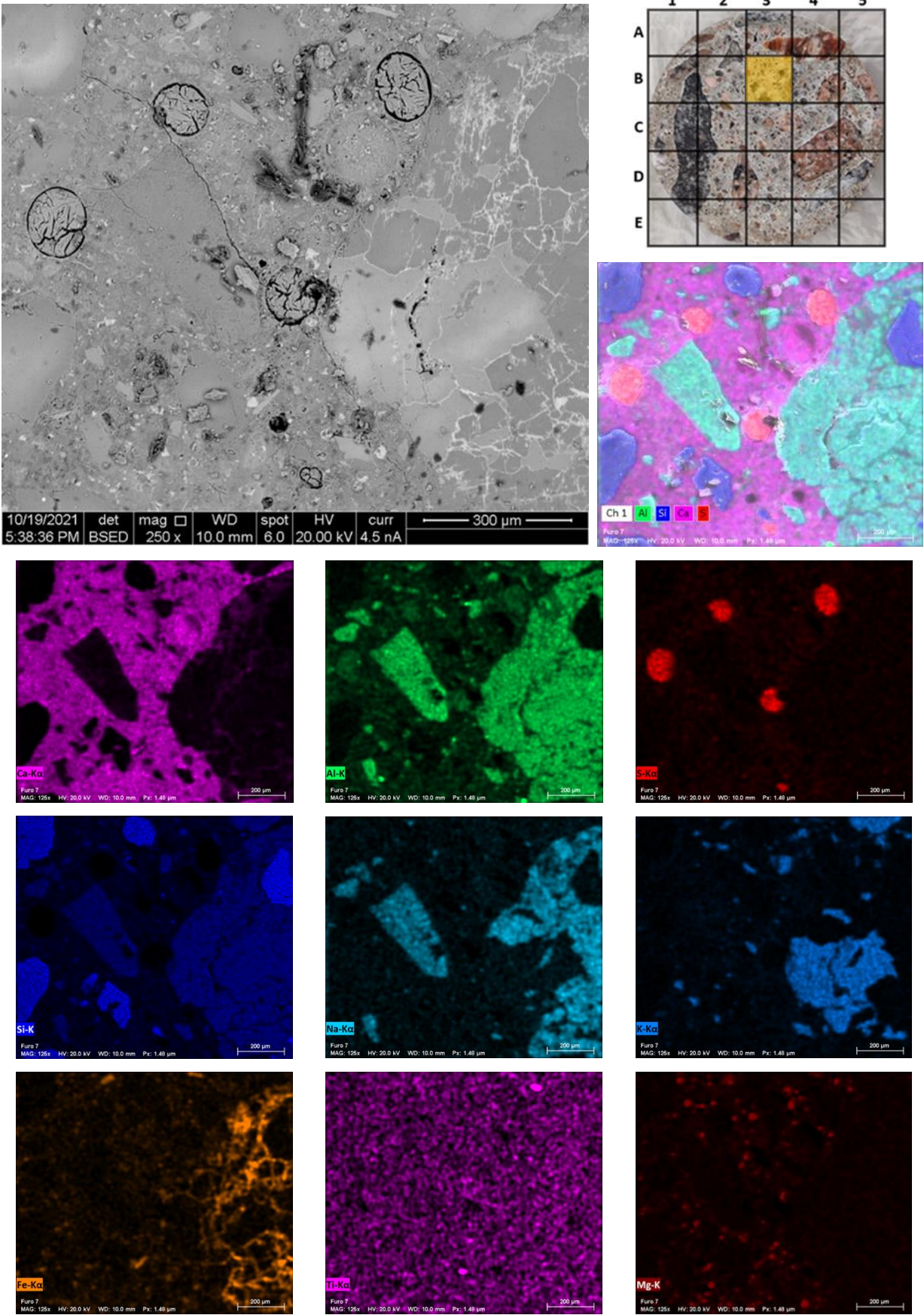
5.2.5 AMOSTRA F7-24m

5.2.5.1 Imagem 01 – setor E3





5.2.5.2 Imagem 02 – setor B3





### **5.2.6 Discussão geral**

Neste tópico será abordado uma discussão geral sobre os resultados encontrados nas microscopias e espectroscopias realizadas.

#### **5.2.6.1 Fase agregado**

Pela análise geral da fase agregado, conclui-se que, pelas espectroscopias, os principais elementos encontrados nas composições de suas fases foram Si, Na, K e Al. De forma intermediária, com picos em determinados pontos, há a presença de Fe, Ti e Mg. Já de forma bem minoritária, há a presença de Ca e S.

Pelas microscopias, nota-se que, em sua maioria, os agregados graúdos apresentam-se com formatos arredondados e com tendência de microfissuras existentes em suas extremidades de contato com a matriz cimentícia, mantendo a região de seu núcleo resistente (intacta). Isso ocorre principalmente naqueles de grandes dimensões, atingindo comprimentos até maiores que 30mm (brita 3 e 4 utilizada para os concretos localizados nas estruturas de gravidade, conforme Tabela 6 e Tabela 9). Entretanto, vale ressaltar que, nos casos de agregados intermediários e menores, a intensidade da fissuração interna (região central) aumenta conforme diminui a incidência de Si. Em compensação, aumenta-se, principalmente, a incidência de Al, Na e K.

#### **5.2.6.2 Fases no clínquer e matriz cimentícia**

Pela análise geral das fases na matriz cimentícia, conclui-se que, pelas espectroscopias, os principais elementos encontrados nas composições de suas fases foram Ca, Si, Al, com o cálcio regendo visualmente a região de análise. De forma intermediária, com picos em determinados pontos, há a presença de S, Mg, Na, K, Fe e Ti.

Pelas microscopias, nota-se que a matriz é formada pela presença de várias regiões: agregados menores (regiões mais homogêneas), pela pasta de cimento hidratada (regiões mais heterogêneas), por poros e fissurações de variados tamanhos, além de bolsões distribuídos de etringita.

A pasta de cimento tende a ser visualmente uma região heterogênea, pois não necessariamente todo o clínquer originário do cimento se hidratou e gerou compostos

cristalinos e resistentes. Analisando a Figura 15 (a), a qual apresenta uma magnificação de 1500x, notamos regiões mais acinzentadas (*dark gray products*) e regiões mais esbranquiçadas (*light gray products*) aglomeradas juntas, respaldando as áreas da pasta hidratada, conforme microscopias.

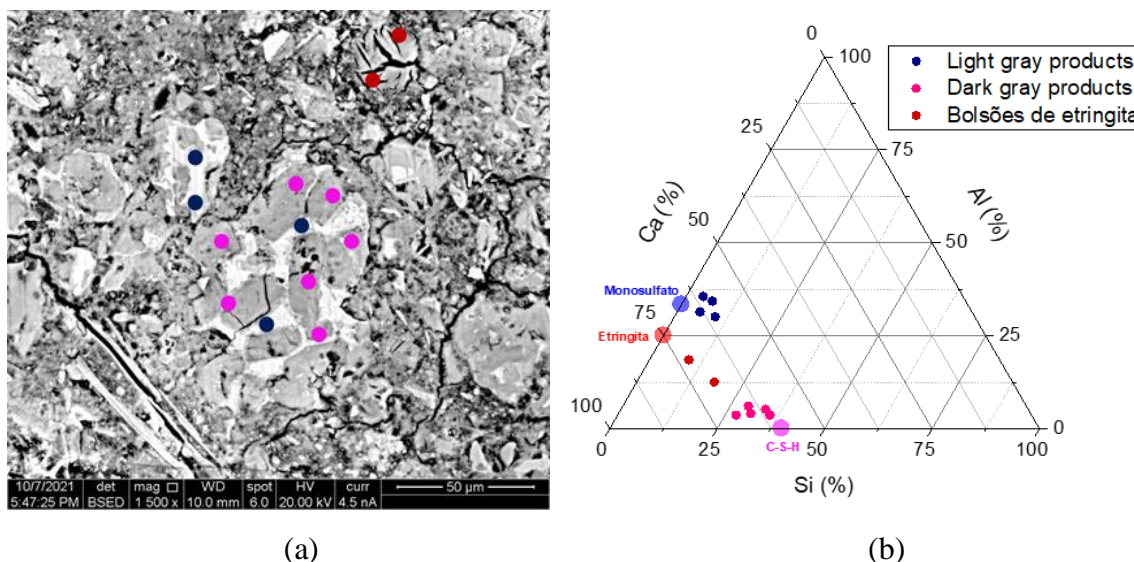


Figura 15 – Análise dos *dark gray products*, *light gray products* e bolsões de etringita por EDS da amostra F3B-31m: imagem 03 (Fonte: autoria própria).

Analisando pontualmente os *dark e light gray products* por espectroscopia, observa-se que mais de 70% de sua composição é constituída por Ca+Al (cálcio aluminatos) e Ca+Si (cálcio silicatos), respectivamente. Dessa forma, plotando-se um gráfico ternário relacionando Si-Al-Ca dos pontos selecionados e as proporções desses elementos, conforme Figura 15 (b), nota-se que há uma forte tendência de correlação entre os *light gray products* ↔ monossulfatos, *dark gray products* ↔ C-S-H e, além disso, aglomerados de etringita espalhados pela matriz cimentícia.

Pela análise geral dos MEVs das amostras com relação aos poros encontrados, nota-se que estes estão distribuídos com tamanhos variados, podendo atingir diâmetros maiores que 0,5 mm, destacando-se macroscopicamente e, dessa forma, visíveis a olho nu. Estes poros contribuem significativamente para a fissuração da matriz cimentícia, visto que permitem a interconexão de pontos frágeis no concreto com as microfissuras já presentes nos arredores dos agregados.

Vale destacar também que, pela análise do interior dos poros, notou-se a clara presença de cristais de etringita em forma de agulhas, as quais estão presentes em

praticamente todas as amostras analisadas, em alguns pontos distribuídas em forma de “bolsões” pela matriz cimentícia. Tanto pela Figura 15 como pelas espectroscopias gerais apresentadas no tópico 5.2, há a comprovação da presença desta fase, dado os picos de S, Al e Ca encontrados. Em alguns casos, principalmente nos poros maiores, a etringita aflora macroscopicamente como um produto de revestimento branco, visível a olho nu, conforme Figura 16. Por mais que o concreto da barragem PA IV tenha, no mínimo, 40 anos de existência, estudos microestruturais similares em concretos antigos de barragens também mostraram a presença dessa fase com essa característica macroscópica (FERNANDES; NORONHA; TELES, 2004, 2007; PORTELLA et al., 2012).

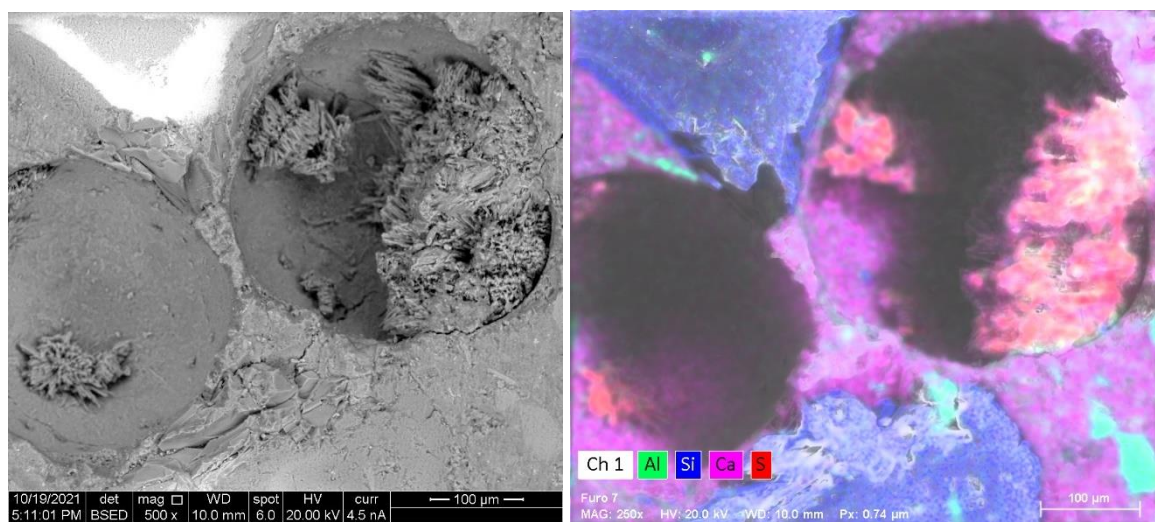


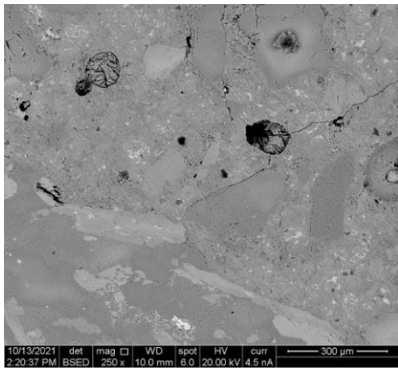
Figura 16 – Etringita destacando-se no interior de poro com grandes proporções – microscopia e espectroscopia da amostra F7-24m (Fonte: autoria própria).

### 5.3 Análise digital das microscopias – MAZE

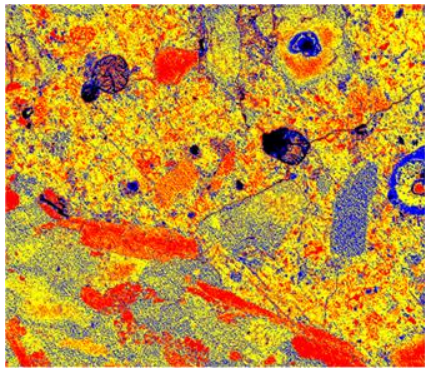
Segue abaixo as análises MAZE processadas das microscopias selecionadas dos diferentes furos de extração da barragem PA IV. Conforme metodologia, foi feito o processamento pelo MAZE utilizando 4 classes e obtendo assim a quantificação de agregados, produtos hidratados e defeitos (vazios, poros e fissuras) encontrados.

### 5.3.1 AMOSTRA F2-11m

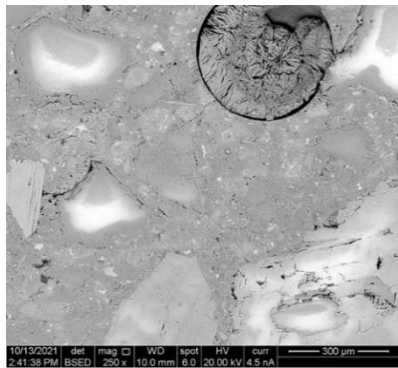
F2-11m: MEV 1



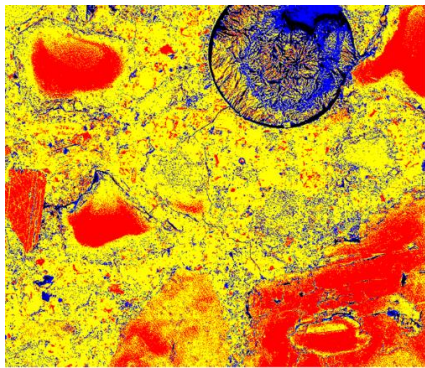
F2-11m: MAZE 1



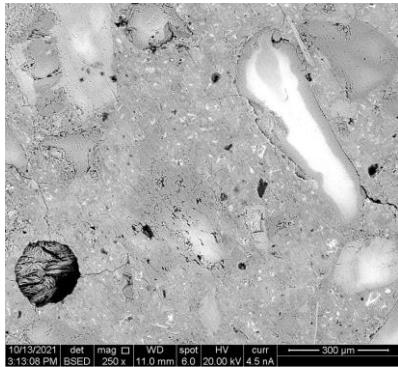
F2-11m: MEV 2



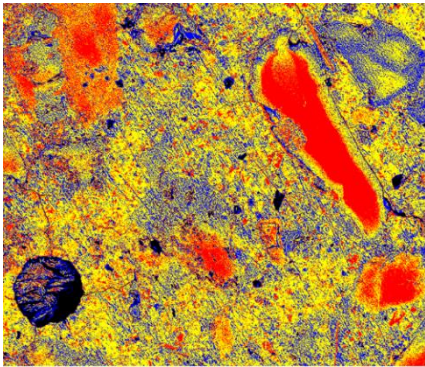
F2-11m: MAZE 2



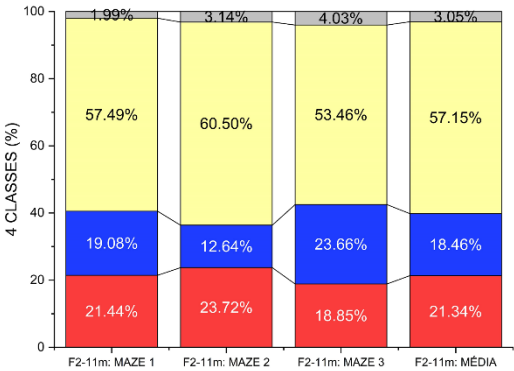
F2-11m: MEV 3



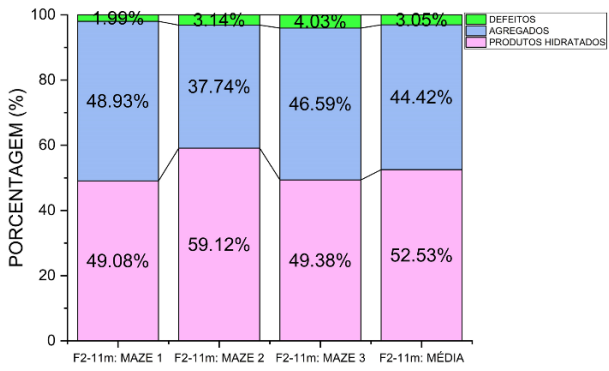
F2-11m: MAZE 3



COLORIZAÇÃO – MAZES



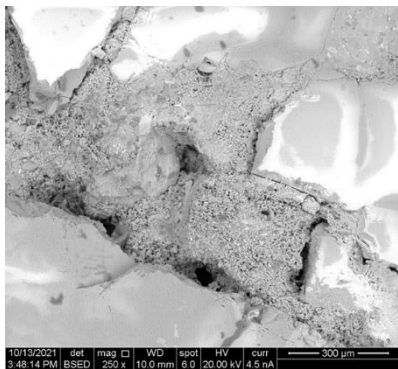
CÁLCULO DAS REGIÕES



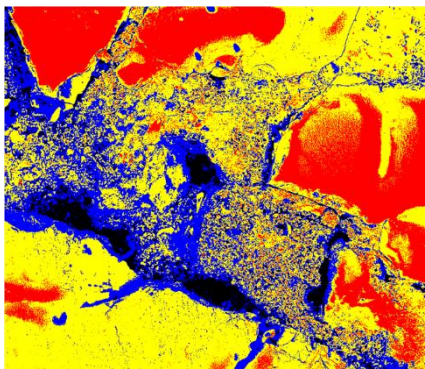


5.3.2 AMOSTRA F2-36m

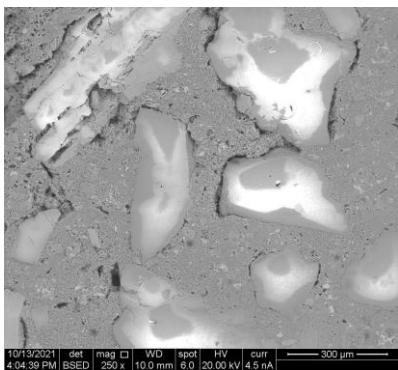
F2-36m: MEV 1



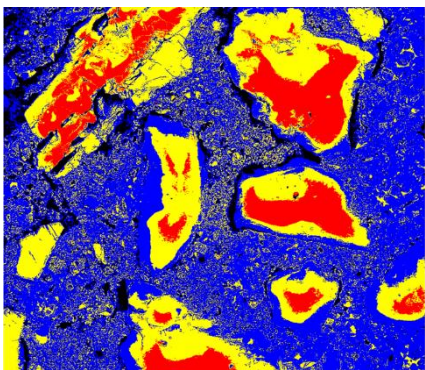
F2-36m: MAZE 1



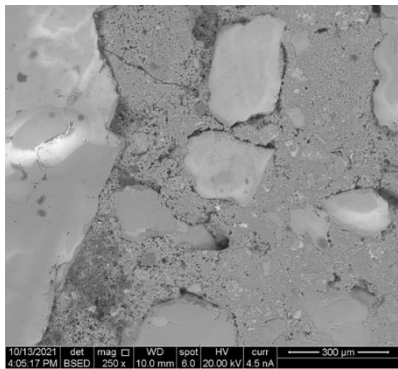
F2-36m: MEV 2



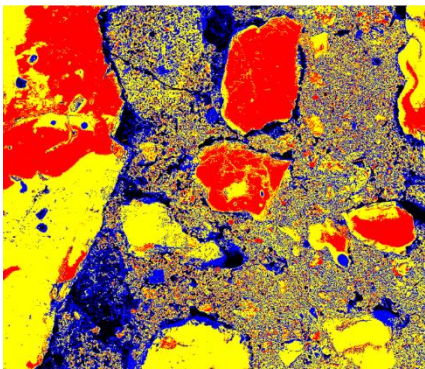
F2-36m: MAZE 2



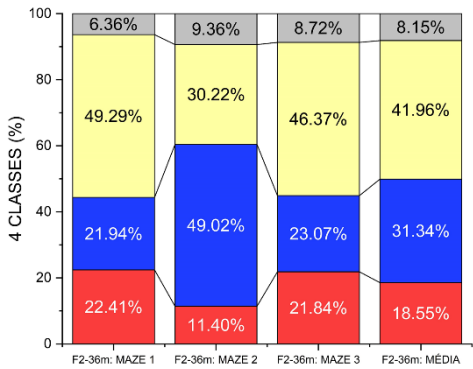
F2-36m: MEV 3



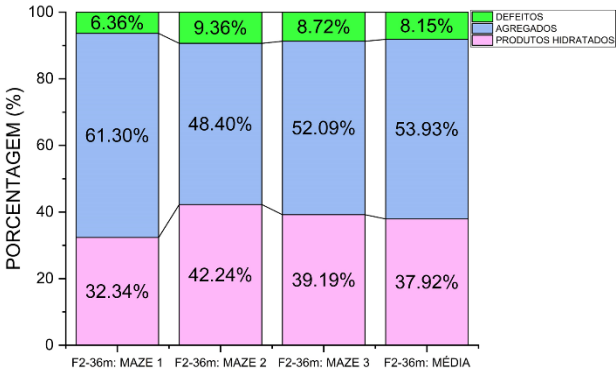
F2-36m: MAZE 3



COLORIZAÇÃO – MAZES

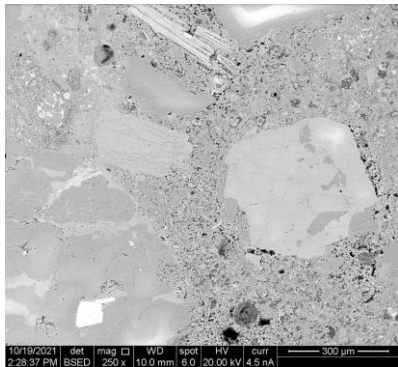


CÁLCULO DAS REGIÕES

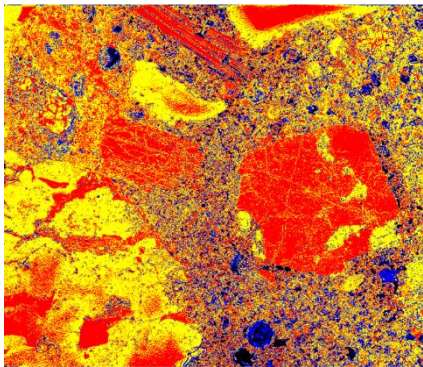


### 5.3.3 AMOSTRA F3B-11m

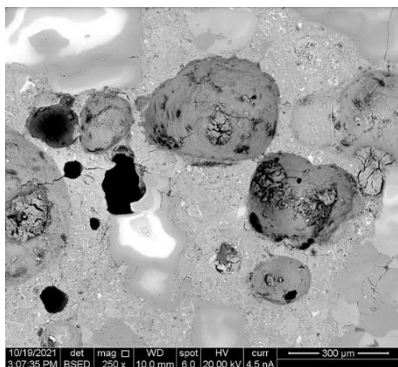
F3B-11m: MEV 1



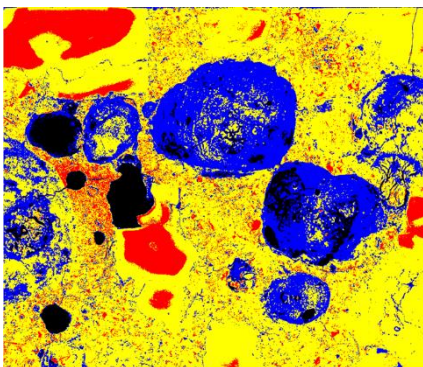
F3B-11m: MAZE 1



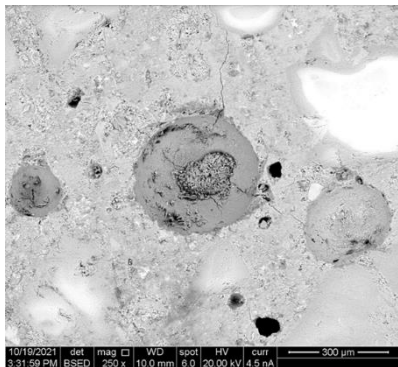
F3B-11m: MEV 2



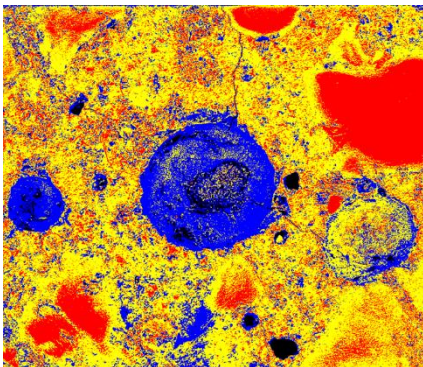
F3B-11m: MAZE 2



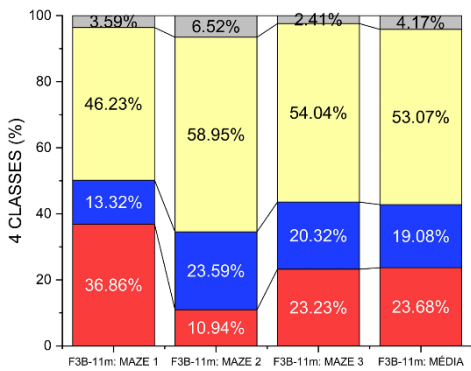
F3B-11m: MEV 3



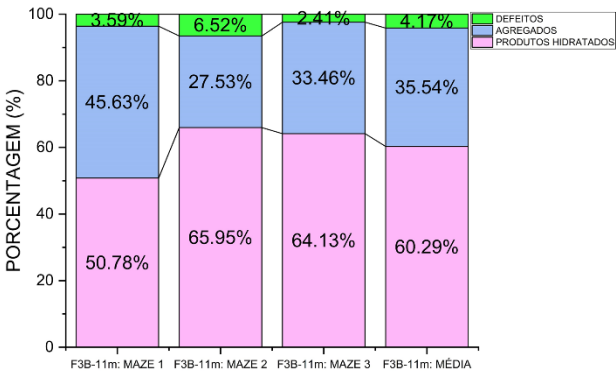
F3B-11m: MAZE 3



COLORIZAÇÃO – MAZES



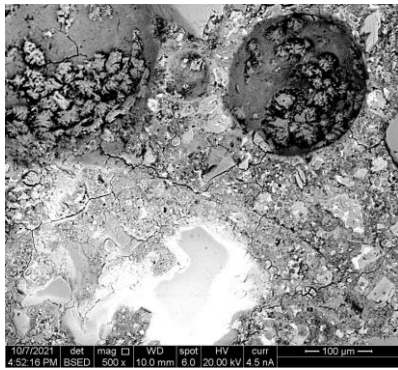
CÁLCULO DAS REGIÕES



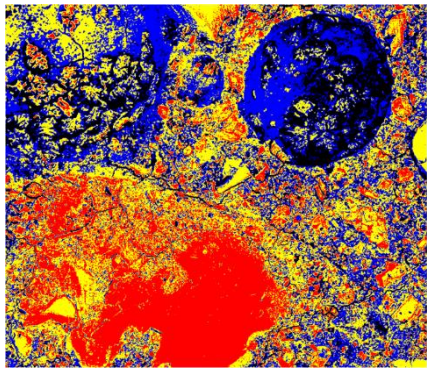


### 5.3.4 AMOSTRA F3B-31m

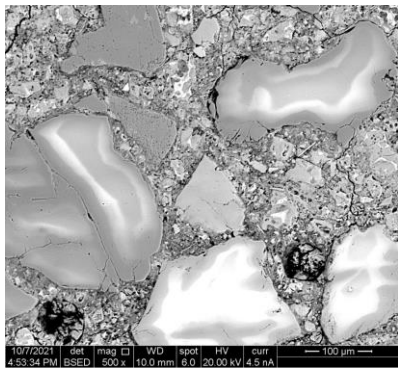
F3B-31m: MEV 1



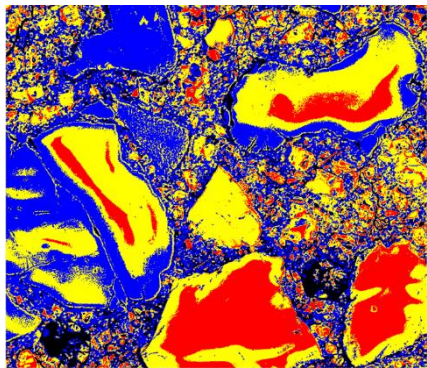
F3B-31m: MAZE 1



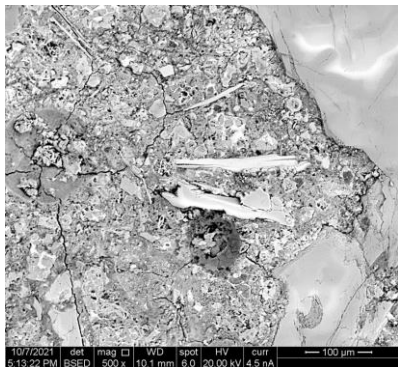
F3B-31m: MEV 2



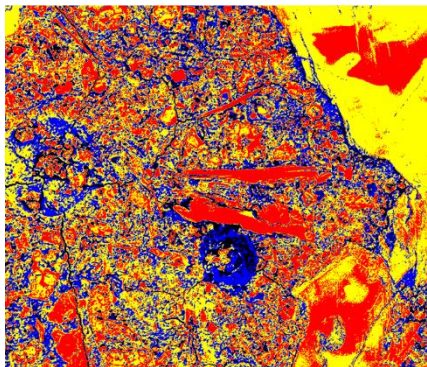
F3B-31m: MAZE 2



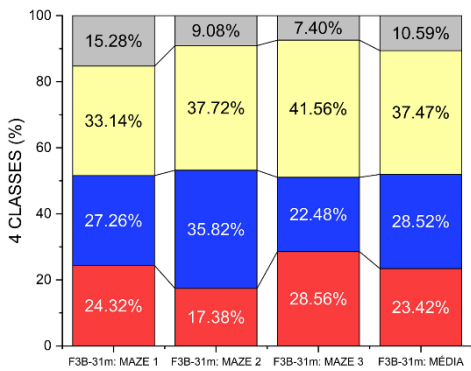
F3B-31m: MEV 3



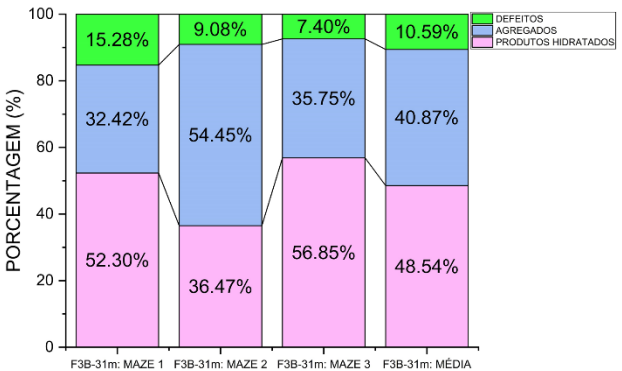
F3B-31m: MAZE 3



COLORIZAÇÃO – MAZES

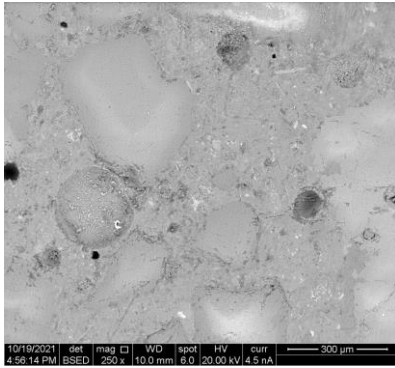


CÁLCULO DAS REGIÕES

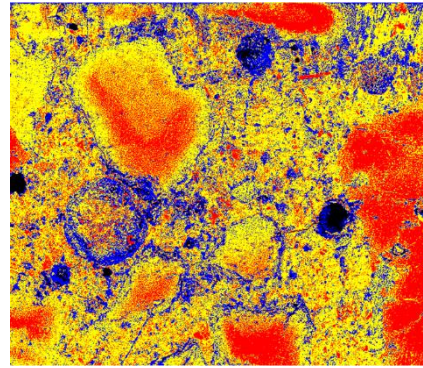


### 5.3.5 AMOSTRA F7-24m

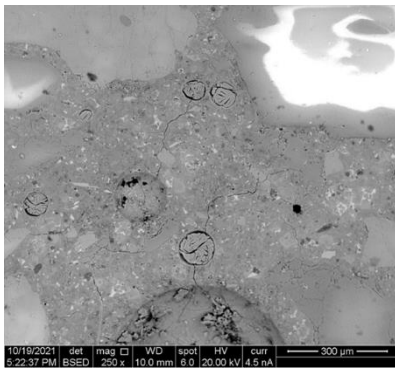
F7-24m: MEV 1



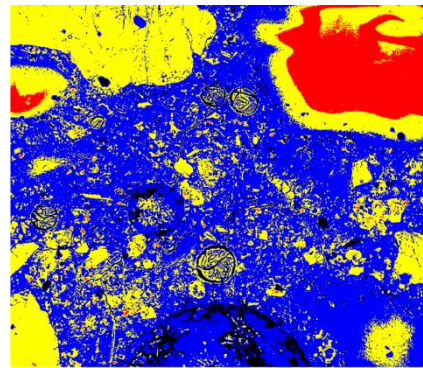
F7-24m: MAZE 1



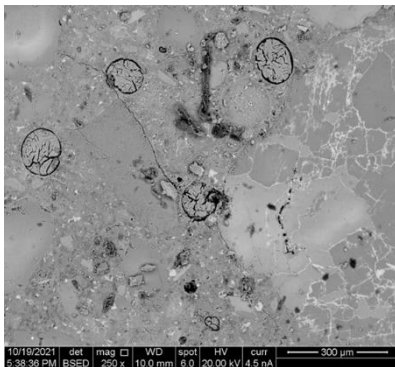
F7-24m: MEV 2



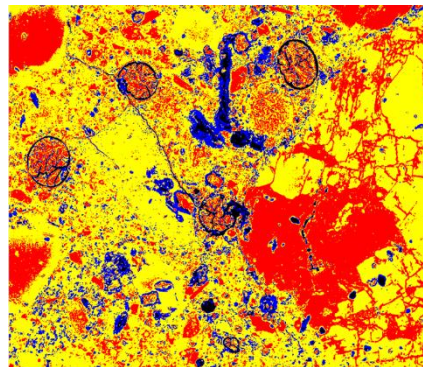
F7-24m: MAZE 2



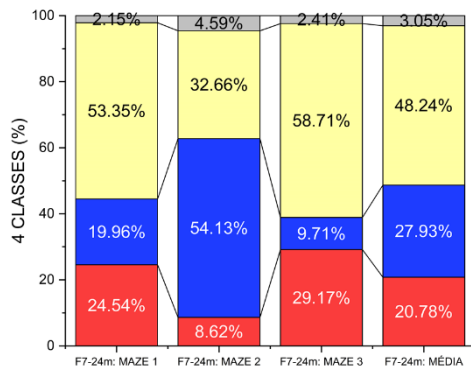
F7-24m: MEV 3



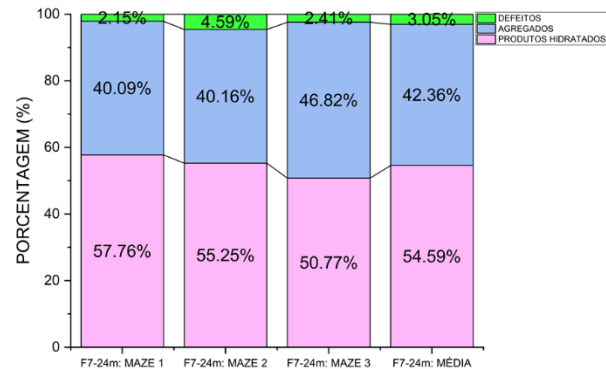
F7-24m: MAZE 3



COLORIZAÇÃO – MAZES



CÁLCULO DAS REGIÕES





De forma geral, pela análise dos gráficos MAZE apresentados, nota-se que as colorações vermelha, amarela e azul são destinadas às fases de agregados e produtos hidratados. Há também uma singela tendência de maior concentração de agregados para as amostras de maiores profundidades de extração, da mesma forma como uma maior concentração de produtos hidratados para as de menores profundidades, conforme Figura 17 (a) e (b), respectivamente.

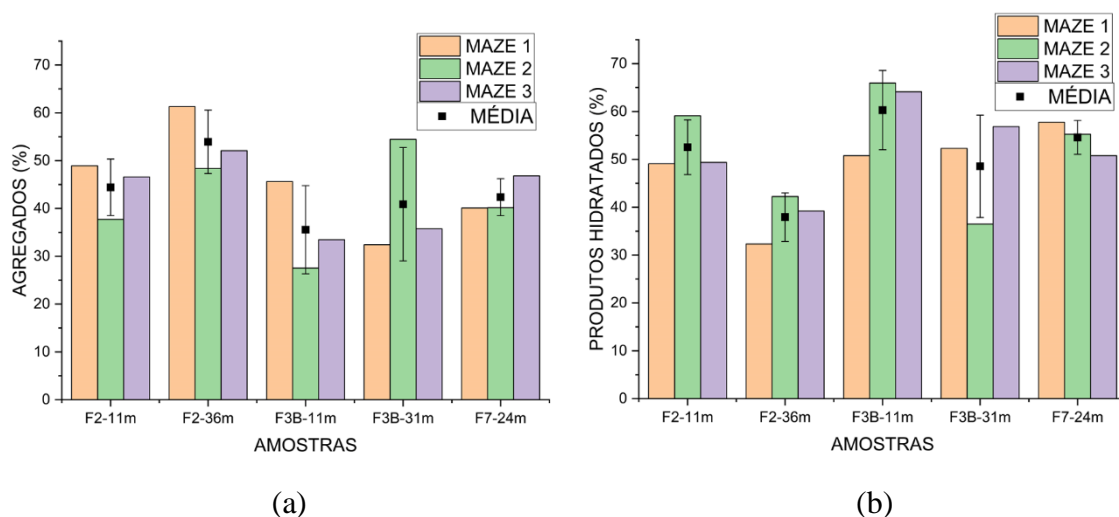
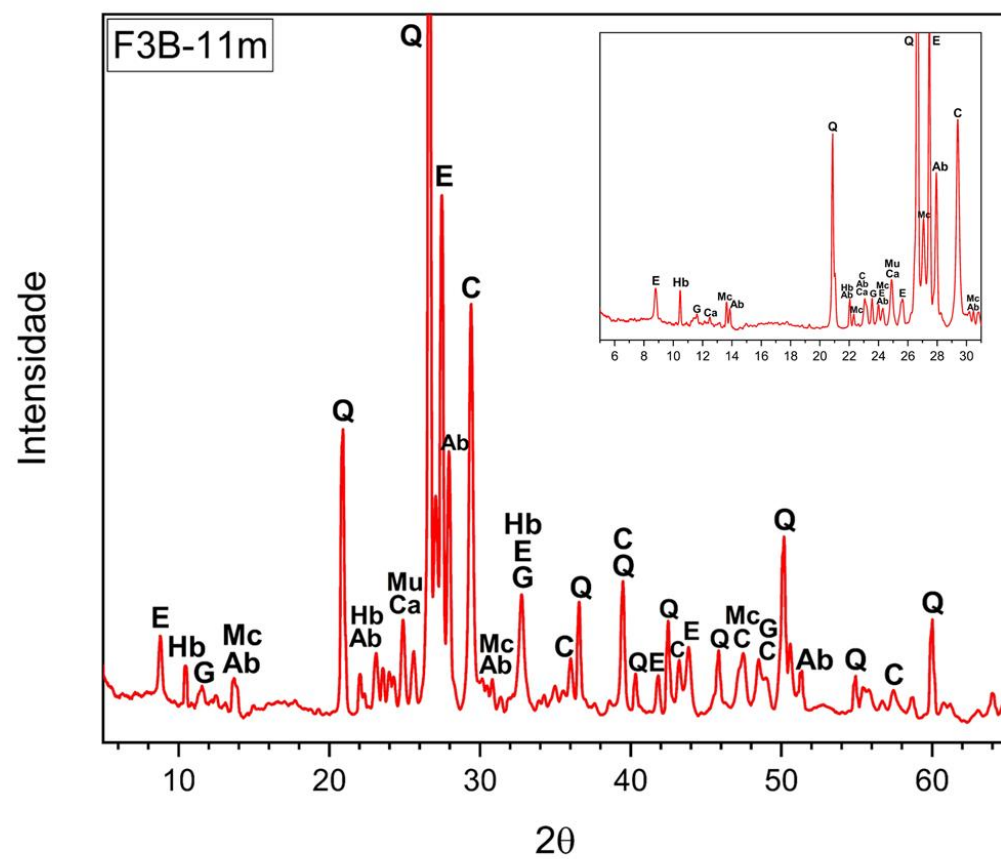
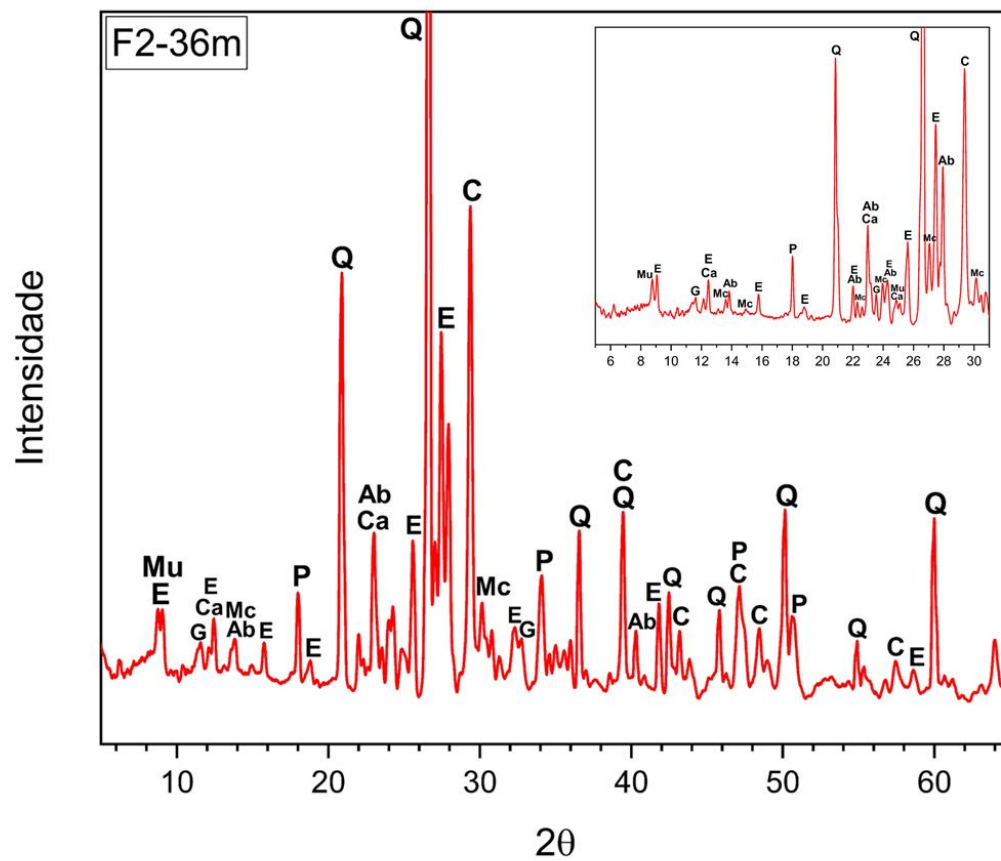


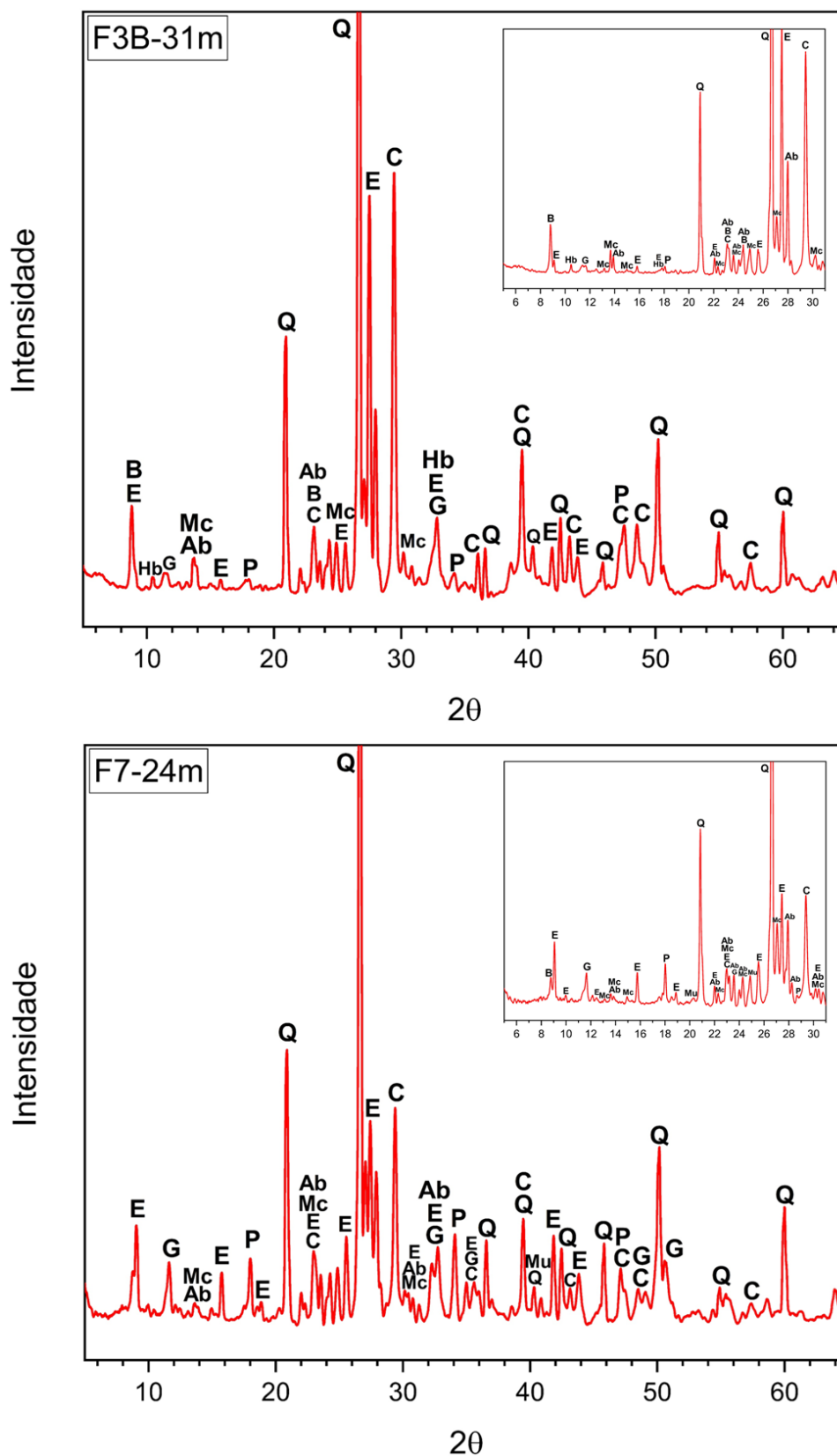
Figura 17 – Porcentagem calculada dos (a) agregados e (b) produtos hidratados (b) das amostras pelo MAZE (Fonte: autoria própria).

Entretanto, há uma variação relevante das porcentagens calculadas, e consequentemente das regiões definidas, de acordo com a coloração dos agregados e com os parâmetros das microscopias em questão (contraste, brilho, tons de cinza do agregado, etc). Essa hipótese pode ser demonstrada, por exemplo, pela comparação dos MAZE 2 e MAZE 3 da amostra F7-24m, como também dos MAZE 2 e MAZE 3 da amostra F2-36m. Em ambas as situações, as regiões de coloração azul e amarelo oscilam bastante entre agregados e produtos hidratados, sem ter um padrão específico de definição. Dessa forma, as conclusões sobre os valores calculados dessas fases, conforme Figura 17, tornam-se indiretamente influenciados pelas características físicas das matérias-primas do concreto e parâmetros externos de preparação e definição das microscopias.

Porém, de forma contrária, a melhor fase retratada e calculada pelo software foram os defeitos (vazios, poros e fissuras). Sua representação nas microscopias é sempre de coloração preta ou cinza escura, o que uniformiza a captação e zoneamento dos tons e pixels pelo MAZE independentemente da microscopia selecionada e parâmetros definidos. Segue abaixo na Figura 18 a comparação apenas dos defeitos calculados pelo MAZE das amostras.







LEGENDA: Ab = albita; B = biotita; C = calcita; Ca = caulinita; Do = dolomita; E = etringita; G = gesso; Hb = hornblenda; Mc = microclínio; Mu = muscovita; P = portlandita; Q = quartzo.

Figura 19 – DRXs das amostras selecionadas da barragem PA IV (Fonte: autoria própria).

Com relação às fases identificadas, estas podem ser organizadas em três categorias: fases de silicatos minerais, fases da matriz cimentícia e fases zeolíticas entre ambas.

Dentre as fases de silicatos minerais, conforme discussão geral retratada no tópico 5.2.6, em que os principais elementos químicos encontrados na fase agregado foram Si, Na, K, Al, destaca-se então por DRX primeiramente o quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), o qual está presente em todas as amostras com picos relevantes; em seguida a albita ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) e microclínio ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ), que são silicatos alcalinos presentes em todas as amostras; por fim hornblenda, muscovita, caulinita e biotita, silicatos alcalinos de menor presença e provavelmente associados a outros silicatos, distribuídos de forma diferente dependendo da amostra em questão.

Dentre as fases da matriz cimentícia encontradas, destaca-se os cálcio-aluminatos, gesso, portlandita, calcita e etringita, sendo esta última o foco principal em todas as amostras, dado sua presença visível nos MEV e EDS.

Entretanto, principalmente na faixa entre 22-26°, como também próximo aos picos iniciais de etringita e gesso (ao redor de 10°), há a presença de fases zeolíticas intermediárias de alumínio, cálcio e álcalis, que se misturam aos picos das fases minerais e cimentícias em questão encontradas. Esta ocorrência pode ser um indício de fases álcali-aluminossilicatas direcionadas ao gel de RAS.

#### **5.4.1 Aplicação do método Rietveld**

Segue na Figura 20 a cristalinidade e as fases relativas quantificadas pelo método de Rietveld. Com relação às fases identificadas, estas podem ser classificadas em duas categorias: minerais (provenientes de agregados) e cimentícias (provenientes da hidratação do cimento Portland). Além disso, segue na Figura 21 a quantificação absoluta das fases cristalinas de acordo com essa classificação.

Vale ressaltar que os grandes picos de quartzo encontrados nos difratogramas da Figura 19 retratam que o método utilizado para separação do agregado e filtragem da matriz cimentícia, conforme descrição da metodologia do ensaio DRX (Figura 11), não foi completamente otimizada para obtenção direcionada aos compostos cimentícios, mas sim destinada uniformemente entre agregados miúdos e compostos hidratados cimentícios, o que será benéfico para a análise das relações cimentícias/minerais mais adiante.

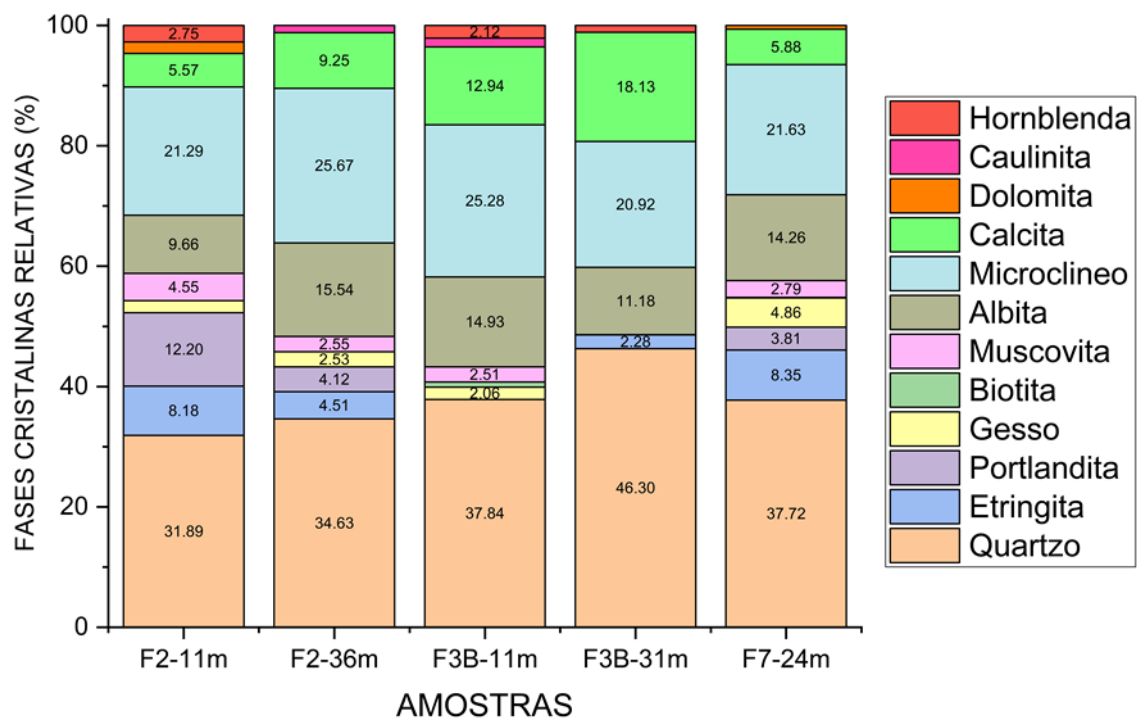
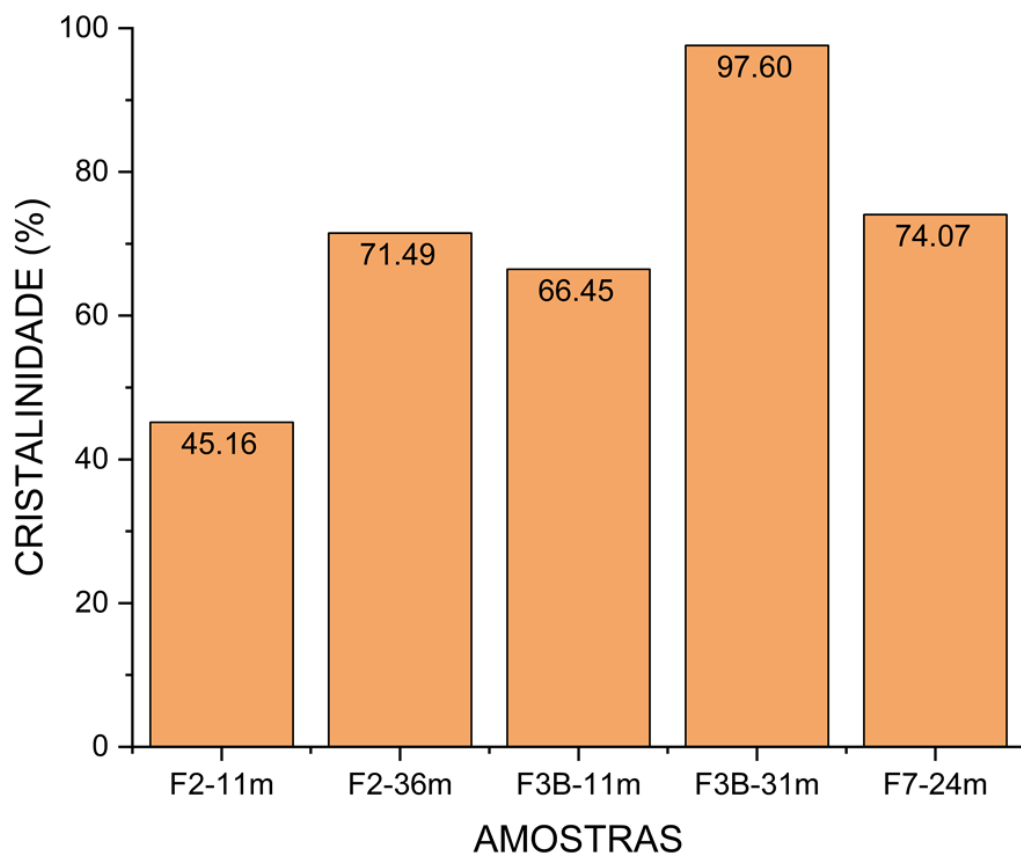


Figura 20 – Cristalinidade das amostras e quantificação relativa das fases encontradas pelo método Rietveld-DRX (Fonte: autoria própria).

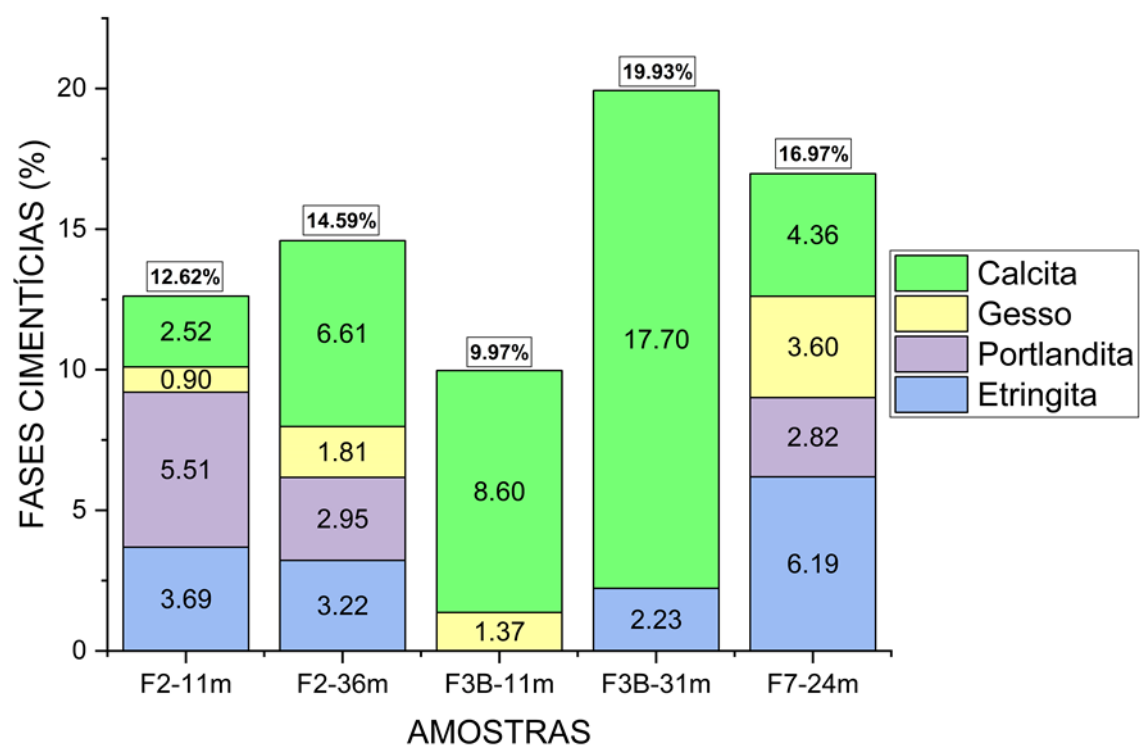
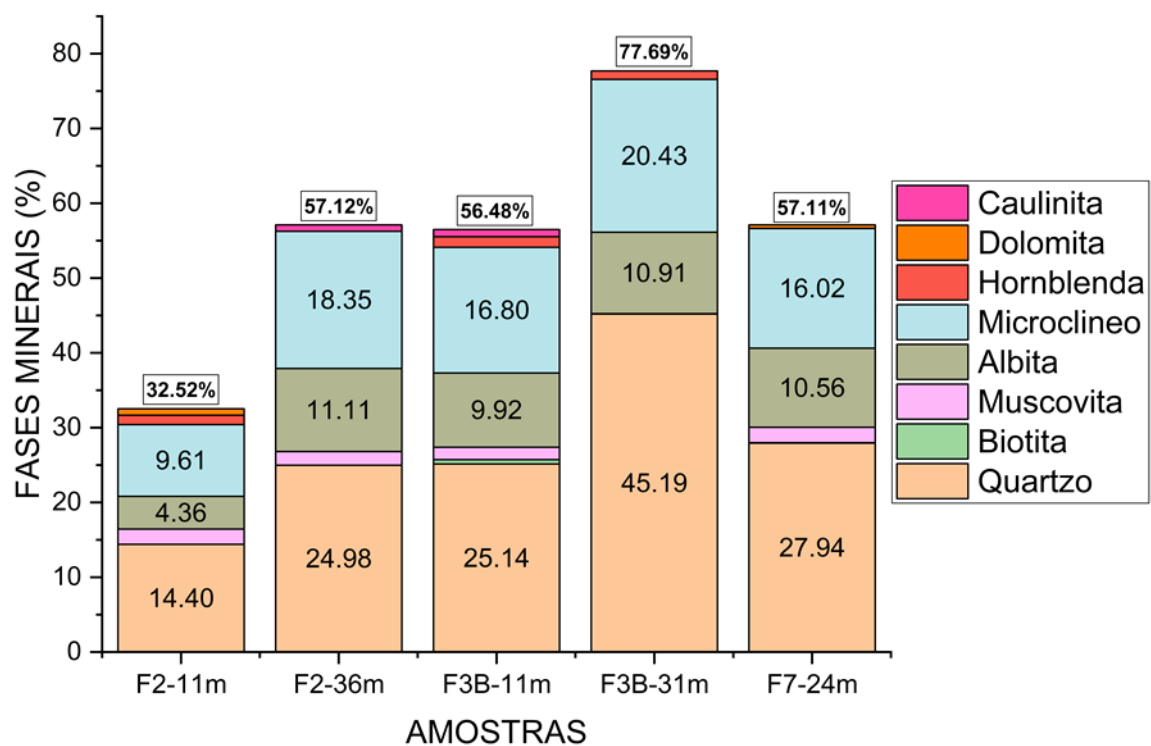


Figura 21 – Quantificação absoluta das fases cristalinas por Rietveld-DRX classificadas em minerais e cimentícias (Fonte: autoria própria).

De forma geral, pela análise dos gráficos e difratogramas, pode-se notar que os espécimes apresentam uma natureza prioritariamente cristalina, e que os picos e grau de cristalinidade são diretamente proporcionais principalmente à quantidade de fases minerais encontradas nas amostras. Por exemplo, a amostra F3B-31m é significativamente cristalina, apresentado 77,69% de fases minerais em sua composição; a amostra F2-11m é prioritariamente amorfa, com 32,52% de fases minerais em sua composição; as amostras restantes (F3B-11m, F2-36m e F7-24m) apresentam cristalinidade intermediária, exibindo em torno de 57% de fases minerais.

Em termos de fases cimentícias encontradas, destaca-se a presença da calcita, portlandita e principalmente a etringita, fase esta que teoricamente é considerada temporária em compósitos de cimento Portland (TAYLOR; FAMY; SCRIVENER, 2001), porém que pode ser encontrada em concretos de barragens antigas que sofreram com RAA, apresentando visivelmente nos macroporos um aspecto de material esbranquiçado (FERNANDES; NORONHA; TELES, 2004, 2007; PORTELLA et al., 2012; SCHMIDT et al., 2011).

Segue na Figura 22 também a relação de fases minerais e cimentícias, calculada de acordo com os resultados da Figura 21.

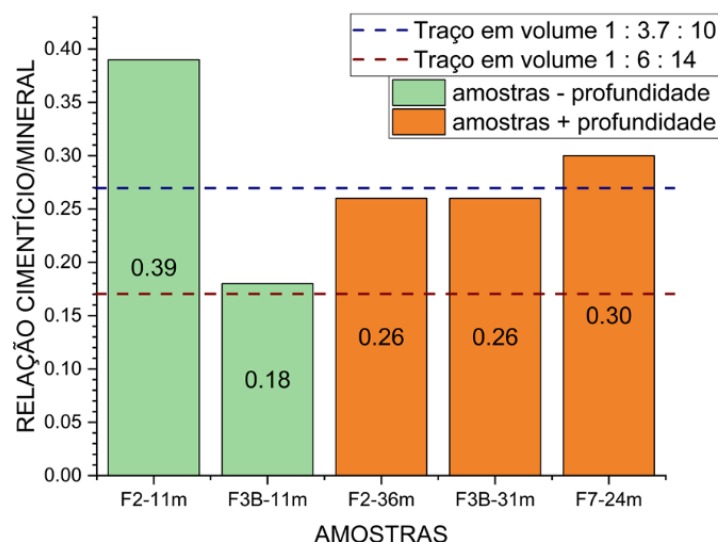


Figura 22 – Relação cimentício/mineral de acordo com Rietveld-DRX em comparação à relacionada aos traços originais utilizados nas amostras (Fonte: autoria própria).

Vale destacar que a relação cimentício/mineral apresentada para os traços em volume foi calculada de acordo com o traço em massa disponibilizado pela CHESF na Tabela 6,



utilizando como base de dados para conversão massa/volume os valores de massa específica apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Massa específica considerada para os materiais utilizados nos concretos das amostras (Fonte: autoria própria).

<b>Materiais</b>	<b>Massa específica (kg/m<sup>3</sup>)</b>
Cimento tipo 250	3000
Areia natural quartzosa	2700
Brita 1	2800
Brita 2	2800
Brita 3	2550
Brita 4	2550

Além disso, destaca-se que a relação cimentício/mineral encontrada para os traços em questão faz referência à matriz cimentícia das amostras, ou seja, à argamassa de cimento e areia utilizada nos concretos, visto que o ensaio de DRX buscava analisar essa região, conforme tópico 4.6.

Dessa forma, pelos resultados apresentados na Figura 22, observa-se que a maioria das relações cimentício/mineral calculadas com base na metodologia Rietveld-DRX estão próximas daquelas referente ao traço executado na barragem PA IV para estruturas de gravidade, ou seja, com relações em volume próximas à 0,17 e 0,27. A única exceção encontrada foi a amostra F2-11m, a qual apresentou um alto índice calculado (0,39), provavelmente fruto da baixa quantidade de fases minerais quantificadas para a amostra em comparação as outras.

Ademais, analisando de acordo com a profundidade de corte da barragem (Figura 13), nota-se que as amostras com profundidades maiores, ou seja, as amostras F2-36m, F3B-31m e F7-24m (com 36m, 31m e 24m respectivamente), apresentaram correlações cimentício/mineral próximas à 0,27, o que indica uma convergência ao traço original em volume 1 : 3,7 : 10. Entretanto, as amostras de menores profundidades, ou seja, as amostras F2-11m e F3B-11m, não apresentaram entre si correlação com os traços originais em volume disponíveis.

## 5.5 Análise da espectroscopia dos pontos selecionados

Primeiramente, para uma análise geral dos dados da espectroscopia, plotou-se todos os pontos selecionados das amostras em um ternário de Si-Al-Ca contendo as principais fases puras de composições relacionadas com matrizes cimentícias dos concretos PA IV, conforme Tabela 11 e Figura 23. Levou-se também em consideração as principais fases minerais destacadas pelos difratogramas apresentados no tópico anterior.

Tabela 11 – Principais composições minerais e de matrizes cimentícias para os concretos da barragem PA IV (Fonte: CHESF, 2003; MAIA NETO et al., 2021; MEHTA; MONTEIRO, 2014; RICHARDSON, 2008).

Fase	Composição	Comp. atômica				Comp. normalizada ternário Si-Al-Ca			
		Si	Al	Ca	Soma	Si	Al	Ca	Soma
Etringita	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$	0	2	6	8	0%	25%	75%	100%
Monossulfato	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	0	2	4	6	0%	33%	67%	100%
C-S-H	$3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	2	0	3	5	40%	0%	60%	100%
Portlandita	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	0	0	1	1	0%	0%	100%	100%
Fase álcali-aluminossilicato (FAS)	$\text{Na}_{3,6}\text{Al}_{3,6}\text{Si}_{12,4}\text{O}_{32}10,6\text{H}_2\text{O}$	12,4	3,6	0	16	78%	22%	0%	100%
Fase silicato de cálcio alcalina (FSC)	$\text{Ca}_{1,1}\text{Na}_{1,8}\text{Si}_6\text{O}_{14}$	6	0	1,1	7,1	85%	0%	15%	100%
Albita (Ab)	$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$	3	1	0	4	75%	25%	0%	100%
Microclínio (Mc)	$\text{KAlSi}_3\text{O}_8$	3	1	0	4	75%	25%	0%	100%
Hornblenda (Hb)	$(\text{Na},\text{K})_{0-1}\text{Ca}_2(\text{Mg},\text{Fe}^{2+},\text{Fe}^{3+},\text{Al},\text{Ti})_5(\text{Si}_6\text{Al}_2)_8\text{O}_{22}(\text{OH},\text{O})_2$	48	21	2	71	68%	30%	2%	100%
Muscovita (Mu)	$\text{KAl}_2[\text{Si}_3\text{AlO}_{10}](\text{OH},\text{F})_2$	3	3	0	6	50%	50%	0%	100%
Caulinita (Ca)	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	2	2	0	4	50%	50%	0%	100%

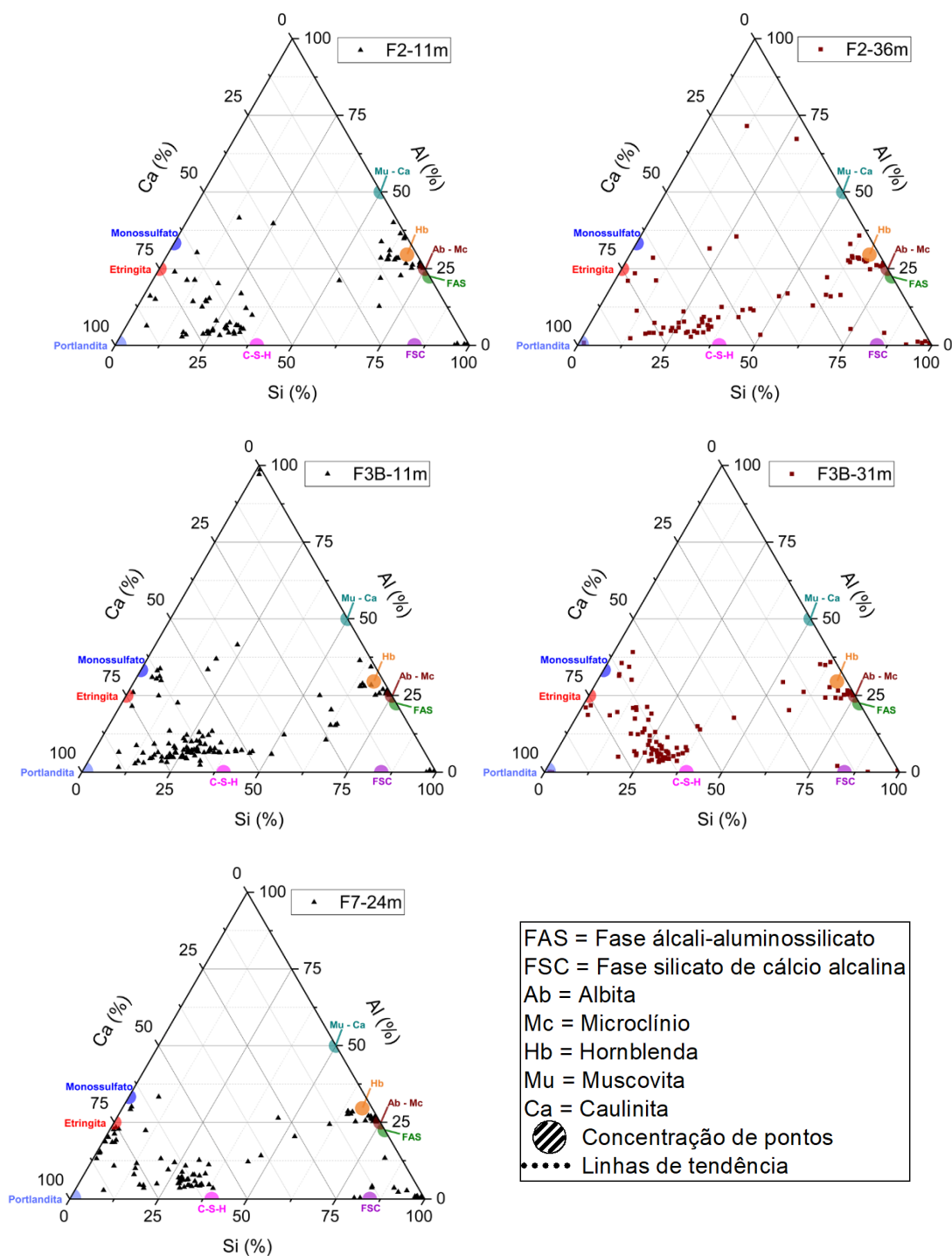


Figura 23 – Ternários Si-Al-Ca com todos os pontos EDS selecionados nas amostras (Fonte: autoria própria).

Vale destacar que as tendências de composições das fases consideradas para o gel de RAS foram obtidas em estudo de síntese hidrotérmica de géis de sílica em laboratório (MAIA NETO et al., 2021), nos quais os agregados reativos foram submetidos a soluções com diferentes temperaturas, tipos de álcalis e concentrações molares. Conforme o estudo,

há traços menores de fase aluminossilicato alcalina (FAS) quando o alumínio se torna disponível em solução, e a fase de silicato de cálcio alcalina (FSC) quando o agregado se deteriora pela alta concentração molar básica, acarretando na dissolução de seus componentes, reação com o cálcio e futura precipitação.

Por meio da análise geral de todos os pontos conforme Figura 23, com relação ao C-S-H e a sua concentração de pontos no ternário, dado que o mesmo apresenta fases variadas e composições estequiométricas distintas, nota-se cinco tendências de misturas de fases pelas composições do ternário Si-Al-Ca:

- Tendência C-S-H ↔ Etringita
- Tendência C-S-H ↔ Monossulfato
- Tendência C-S-H ↔ Fase álcali-aluminossilicato (FAS) e minerais de albita e microclínio (Ab – Mc)
- Tendência C-S-H ↔ Portlandita
- Tendência C-S-H ↔ Hornblenda (Hb)

Segue na Figura 24 a exemplificação dessas tendências e na Tabela 12 o cálculo das porcentagens de pontos que indicam essa inclinação.

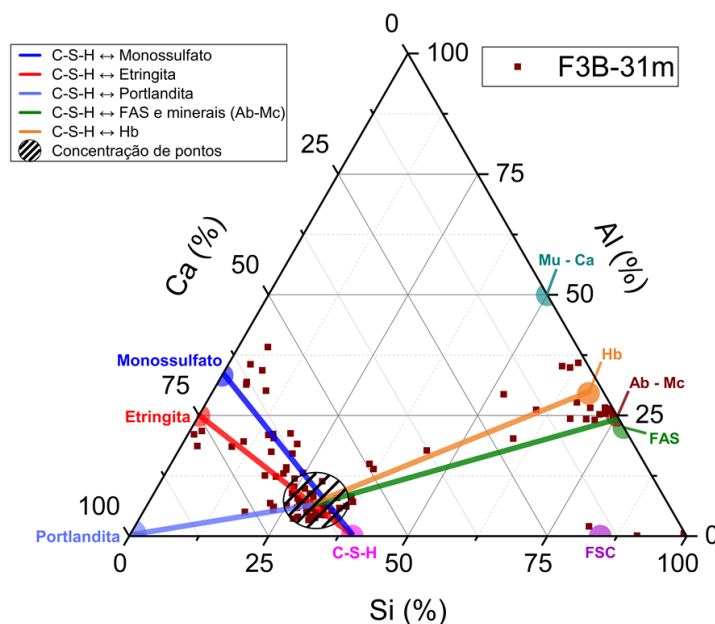


Figura 24 – Exemplo das linhas de tendência dos pontos EDS selecionados das amostras (Fonte: autoria própria).

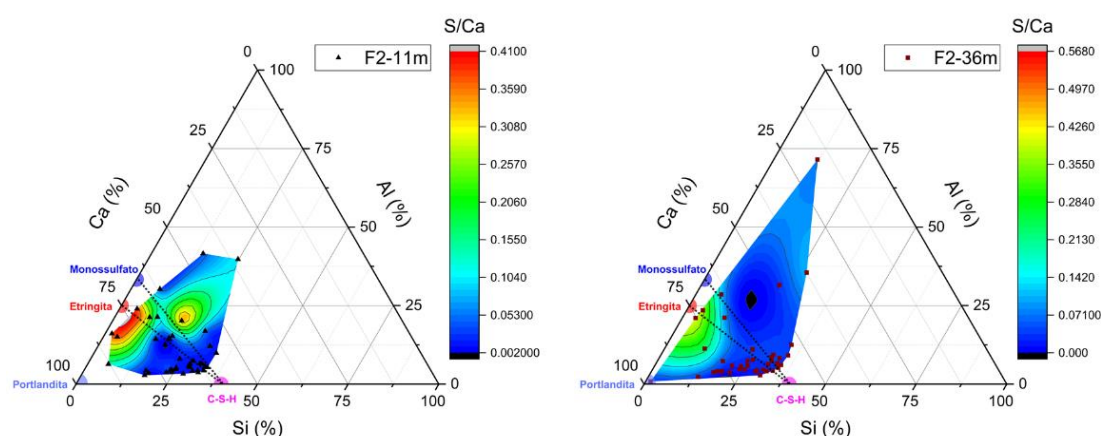
Tabela 12 – Porcentagem de pontos direcionados às linhas de tendência indicadas pelos ternários/EDS (Fonte: autoria própria)

Amostra	% Pontos direcionados às linhas de tendência				
	C-S-H ↔ Etringita	C-S-H ↔ Monossulfato	C-S-H ↔ FAS e minerais	C-S-H ↔ Portlandita	C-S-H ↔ Hornblenda (Hb)
F2-11m	10,38%	7,55%	8,49%	16,98%	12,26%
F2-36m	7,55%	7,55%	13,21%	15,09%	19,81%
F3B-11m	9,72%	12,50%	16,67%	19,44%	9,03%
F3B-31m	16,55%	13,67%	12,23%	11,51%	10,07%
F7-24m	12,60%	9,45%	15,75%	12,60%	11,81%

Dessa forma, como boa parte dos pontos selecionados seguiam esse padrão, optou-se por analisar e discutir em separado as tendências destacadas, focando nas fases de produtos cimentícios hidratados e nas fases alcalinas direcionadas ao gel de RAS.

### 5.5.1.1 Análise dos produtos hidratados cimentícios

Para esta análise, conforme metodologia descrita anteriormente, optou-se por filtrar os pontos selecionados para aqueles em que a relação  $Si/Ca < 0,8$  ou  $Ca/Si > 1,25$ . Segue abaixo na Figura 25 os pontos filtrados do ternário Si-Al-Ca, com contorno S/Ca.



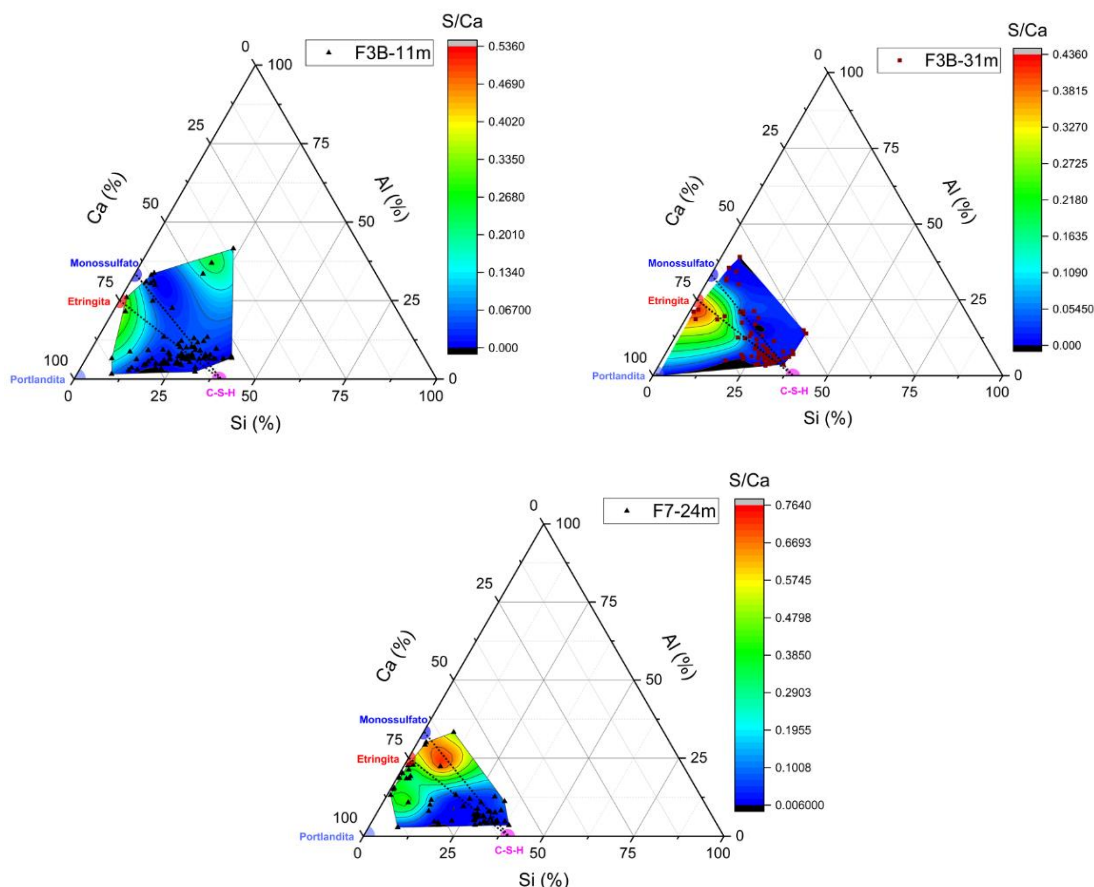


Figura 25 – Ternários Si-Al-Ca de contorno S/Ca com os pontos EDS relacionados aos produtos cimentícios hidratados (Fonte: autoria própria).

Dessa forma, analisando os resultados obtidos para as fases de produtos cimentícios hidratados, nota-se a presença de etringita e monossulfato em todas as amostras e profundidades, o que foi comprovado também pelas microscopias. Essa presença pode ser evidenciada nos ternários, além dos pontos próximos às regiões das fases puras, pela relação S/Ca demonstrada no mapa de contorno, a qual se apresenta em torno de 0,50 e 0,25 para etringita e monossulfato, respectivamente, conforme Tabela 11. Entretanto, diferenciando minuciosamente, observa-se a concentração de misturas de fase C-S-H ↔ etringita para as amostras situadas com maiores profundidades de extração, com a sequência de destaque sendo F7-24m, F3B-31m e F2-36m, enquanto que nota-se a concentração de misturas C-S-H ↔ monossulfato para aquelas com menores profundidades, principalmente a F3B-11m. Além disso, típico do comportamento de argamassas e matrizes cimentícia (TAYLOR, 1997), há também uma quantidade de pontos relevante que gera a linha de tendência C-S-H ↔ portlandita em todas as amostras, principalmente para as F3B-11, F2-11m e F2-36m.



### 5.5.1.2 Análise dos álcalis

Para esta análise, conforme metodologia descrita anteriormente, optou-se por filtrar os pontos selecionados para aqueles em que a relação  $(Na+K)/Si > 2\%$ , o que garante a presença mínima de álcalis. Segue abaixo na Figura 26 os pontos filtrados do ternário Si-Al-Ca, com contorno Na+K.

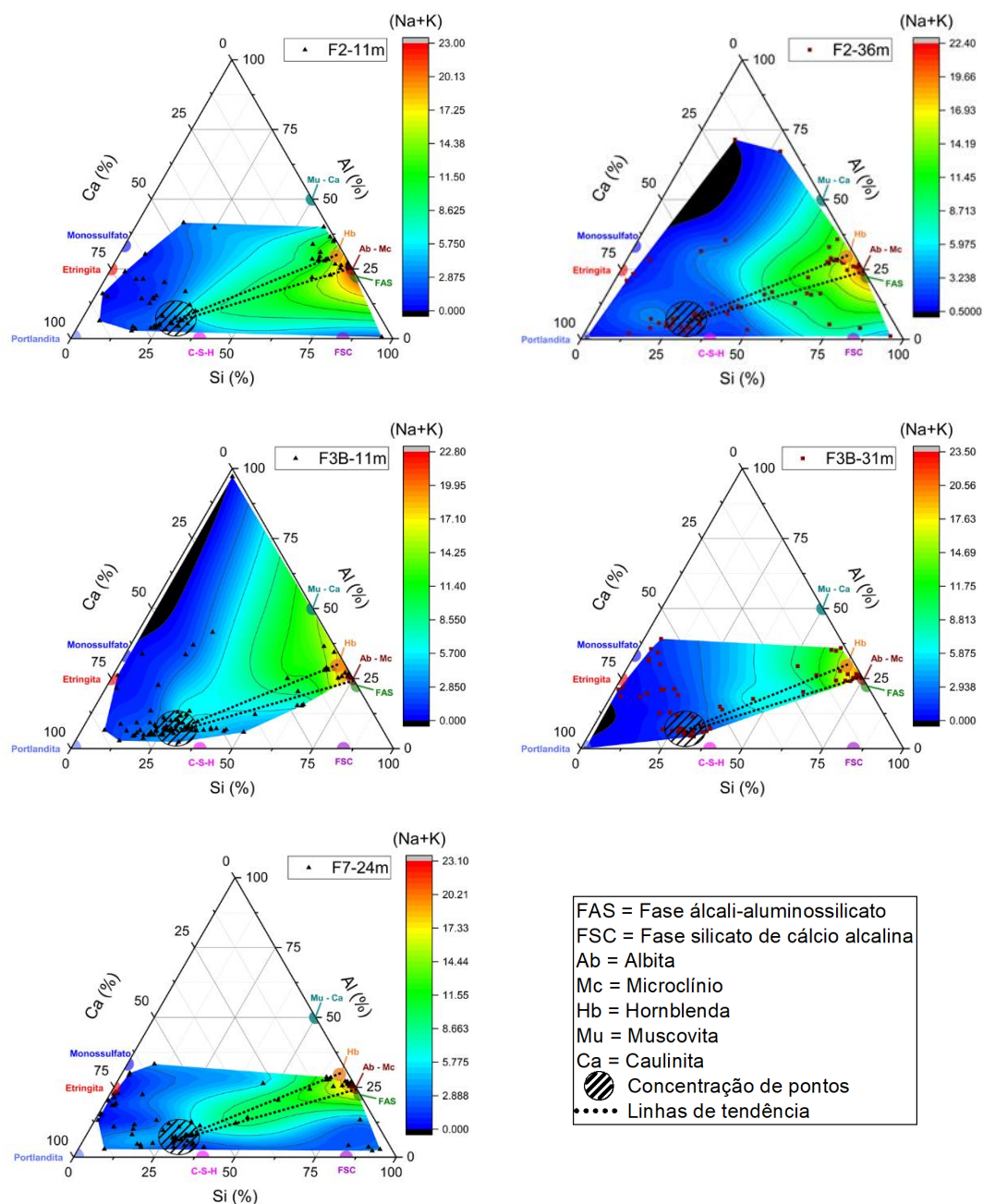


Figura 26 – Ternários Si-Al-Ca de contorno Na+K com os pontos EDS relacionados à análise de álcalis direcionadas à RAS (Fonte: autoria própria).

Dessa forma, analisando os resultados obtidos para as fases contendo sódio e potássio, principalmente buscando-se aquelas direcionadas à RAS, nota-se uma tendência de concentração de misturas de fase C-S-H  $\leftrightarrow$  álcali-aluminossilicatos, com concentrações de Na+K máximas em torno de 20% para todas as amostras.

Entretanto, corroborando com os resultados apresentados pela difração de raios X (tópico 5.4), nota-se que as fases álcali-aluminossilicato destacadas pelos ternários da espectroscopia (Figura 26) correspondem a misturas de fases prioritariamente minerais, com destaque para a albita ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ), microclínio ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ) e hornblenda, mas em proporções menores fases localizadas na matriz cimentícia, possivelmente gel de RAS.

Conforme Figura 27, analisando os pontos EDS selecionados de maior intensidade alcalina (Na+K>17,50%), pôde-se identificar as respectivas fases nas microscopias, o que respalda a hipótese em questão.

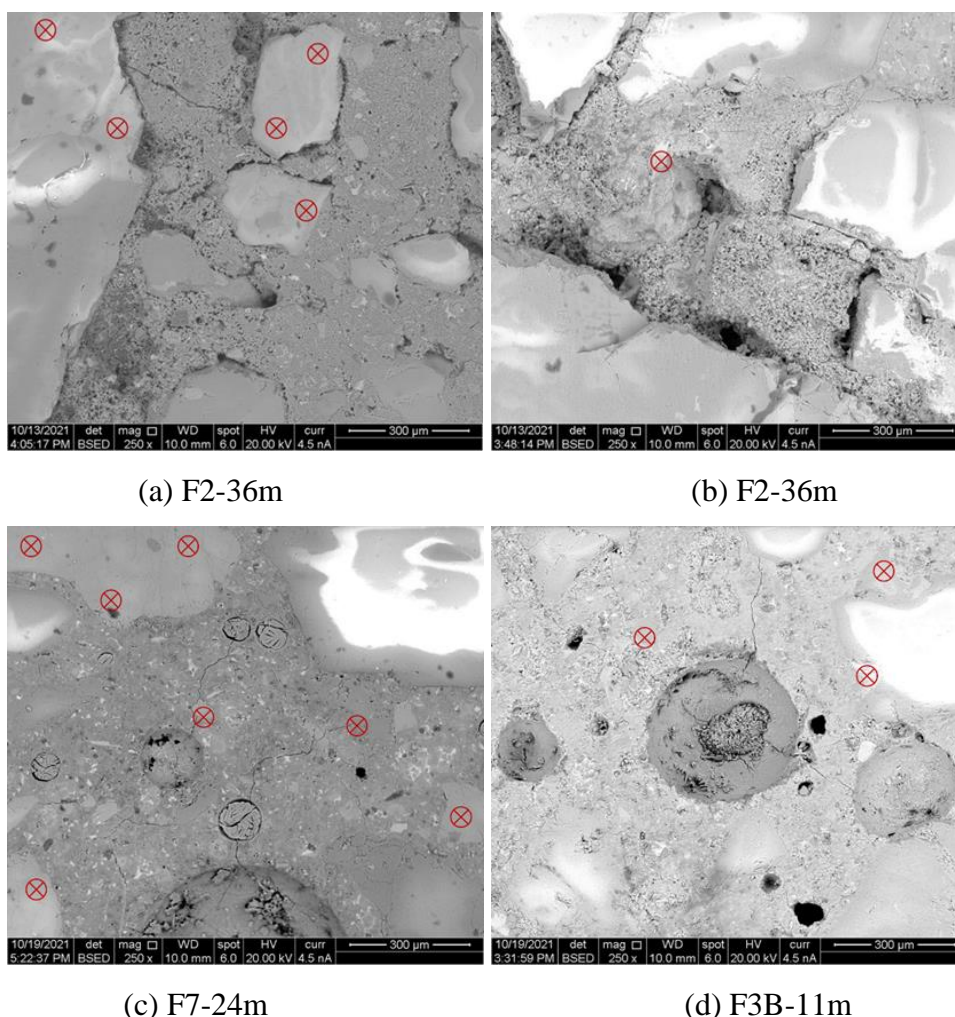
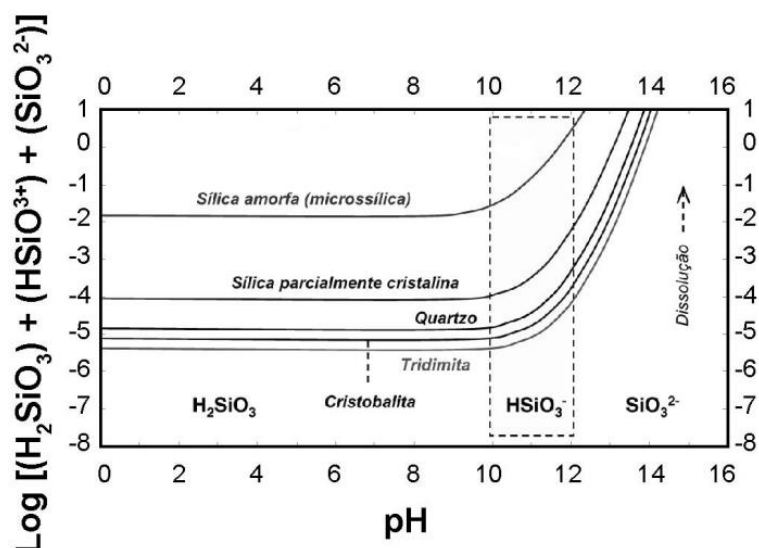


Figura 27 – Exemplos de fases álcali-aluminossilicatas encontradas em: (a) agregados; (b) matriz cimentícia; (c) e (d) ambos, inclusive na zona de transição (Fonte: autoria própria).

Dessa forma, pela análise da Figura 27, nota-se que, além das fases minerais alcalinas identificadas, como albita e microclínio, há pontos com grande incidência de Na+K localizados em regiões da matriz cimentícia, ou ainda em locais próximos da zona de transição (contato entre agregado e matriz), o que pode indicar possível desenvolvimento de fases de gel de RAS nessas áreas.

Além disso, vale ressaltar que, conforme diagrama de solubilidade da sílica e alumina mostrado na Figura 28, considerando o alto pH que a pasta de cimento hidratada proporciona à matriz cimentícia dos concretos, o qual é em torno de 12,5 e 13,5 dependendo da concentração dos íons de Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> e OH<sup>-</sup> (MEHTA; MONTEIRO, 2014), e considerando também as descrições constatadas pela CHESF sobre a deformação dos agregados como causa da RAS na barragem PA IV (CHESF, 2002), conclui-se que microestruturalmente há um favorecimento para a entrada em solução dos íons alcalinos necessários que contribuem para desenvolvimento de fases de gel de RAS (FERNANDES; NORONHA; TELES, 2004), os quais, na presença de água, favorecem o desenvolvimento de manifestações patológicas em concretos (RAJABIPOUR et al., 2015). Parece provável que, no local em que os agregados tenham sofrido um grau de intemperismo geológico antes de serem utilizados, a degradação parcial desses minerais por essa causa facilitará a lixiviação de pelo menos parte dos álcalis nos fluidos dos poros do concreto (SWAMY, 1992).



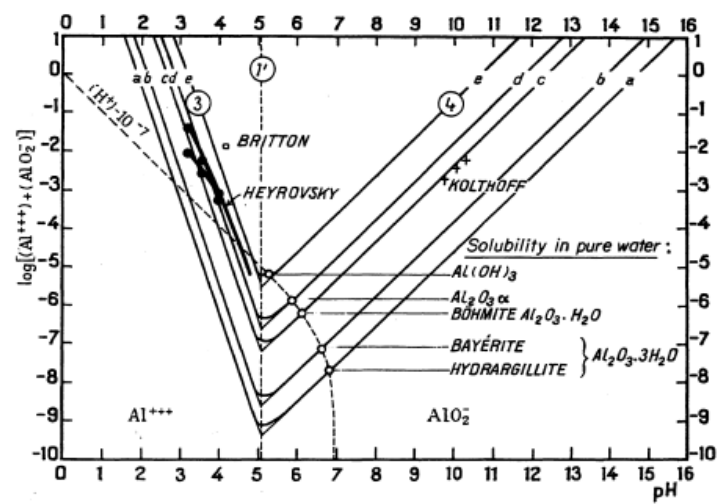


Figura 28 – Influência do pH na solubilidade da sílica e alumina à 25 °C (Fonte: POURBAIX, 1974).

## 6 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

O presente trabalho estudou, no intuito de analisar e caracterizar antigos concretos estruturais da barragem da usina hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV), a microestrutura de testemunhos retirados de diferentes furos de extração do local. Para isso, realizou-se microscopias (MEV), espectroscopias (EDS), análises de zoneamento superficiais (MAZE) e difrações de raios X (DRX) comparativas, destacando fases, composições, produtos encontrados, diferenças em relação à profundidade de extração, etc. Foram analisadas cinco amostras de três furos de extração distintos da barragem PA IV, estas com no mínimo 40 anos de existência.

Dessa forma, diante das análises feitas nos capítulos anteriores e de acordo com os objetivos específicos da pesquisa, há evidências para concluir o que se segue:

- O método de preparação das amostras de concreto com grandes proporções (em torno de 5cm de diâmetro por 2,5cm de altura) para realização de microscopias e espectroscopias por meio de superfícies polidas foi satisfatória. Por mais que o tempo de preparação dedicado ao corte, lixamento e polimento fosse longo, permitiu a realização das microscopias sem agredir o núcleo dos testemunhos em questão, mantendo a integridade da amostra. Além disso, houve boa resposta ao vácuo do equipamento MEV, mesmo com amostras de grande porte tendendo a apresentar mais porosidade que aquelas resinadas e de pequenas dimensões. Entretanto, vale ressaltar que, dado seu tamanho, como o lixamento e polimento tendem a não ser completamente uniformes na área de contato com a superfície das amostras, algumas microscopias destacam imperfeições relacionadas.
- Os ensaios microestruturais aplicados (MEV, EDS, MAZE e DRX) caracterizaram de forma satisfatória a microestrutura dos concretos em questão, com a presença de fases agregado alcalinas, matriz cimentícia com cálcio aluminatos e cálcio silicatos diversificados, fissuração e poros de variados tamanhos, além de principalmente regiões de concentração de etringita. O destaque se dá para esta última, pois encontra-se bem distribuída em todas as amostras analisadas, principalmente por meio de bolsões, com presença comprovada por mais de uma técnica microestrutural. Ademais, em especial pela análise feita da espectroscopia dos pontos selecionados,



há indícios e tendências que mostram que houve reação álcali-sílica nos concretos da barragem PA IV, por mais que visivelmente o gel de RAS não esteja aflorando das amostras analisadas. Isso provavelmente se deve ao fato das amostras estarem localizadas nos núcleos das estruturas de concreto em questão (amostras não superficiais).

- O MAZE se mostrou uma técnica prática e eficiente para quantificar, de forma percentual, os defeitos (vazios, poros e fissuras) das microscopias realizadas. Em especial, com relação a concretos que sofreram manifestações patológicas físicas (como expansão e fissuramento), a técnica mostra-se eficaz em analisar a integridade microestrutural desses concretos de campo. Entretanto, com relação à quantificação das fases matriz cimentícia e agregados, a técnica não se mostrou totalmente eficaz, apresentando oscilação considerável entre as classes de coloração calculadas pelo software, sem ter um padrão específico de definição. Isso provavelmente se deve ao fato do programa indiretamente ser influenciado pelas características físicas das matérias-primas do concreto e parâmetros externos de preparação e definição das microscopias (contraste, brilho, tons de cinza do agregado, etc).
- Em se tratando das comparações microestruturais realizadas de acordo com a profundidade de extração, destaca-se que, com relação ao MEV e MAZE, há indícios de maiores defeitos (vazios, poros e fissuras) para as amostras com maiores profundidades de extração (F2-36m, F3B-31m e F7-24m) do que aquelas com menores profundidades (F2-11m e F3B-11m). Com relação ao EDS e DRX, nota-se que em todas as amostras analisadas há indícios de agregados formados principalmente por fases silicatos minerais que apresentam Si, Na, K e Al (quartzo, albita, microclínio, hornblenda, etc); matriz cimentícia formada por cálcio silicatos e aluminatos, gesso, portlandita, calcita e principalmente etringita; e fases zeolíticas intermediárias indicando possíveis álcali-aluminossilicatos, como o gel de RAS. Analisando as correlações feitas pela espectroscopia dos pontos selecionados, nota-se que há uma singela tendência de concentração de etringita para as amostras de maiores profundidades de extração (principalmente F3B-31m e F7-24m), enquanto que há uma singela concentração de monossulfatos para aquelas com menores profundidades (F2-11m e F3B-11m); nota-se também a presença de tendências C-S-

H  $\leftrightarrow$  portlandita e C-S-H  $\leftrightarrow$  fases álcali-aluminossilicato (possivelmente minerais e gel de RAS) em todas as amostras.

- A metodologia DRX-Rietveld mostrou-se parcialmente eficiente em correlacionar as relações cimento/mineral obtidas pelo ensaio com aquelas originais descrita pelos traços dos concretos. As amostras de grande profundidade de corte, ou seja, F2-36m, F3B-31m e F7-24m, apresentaram ótimas correlações cimento/mineral (0,26; 0,26 e 0,30 respectivamente), com valores próximos à 0,27 (este referente ao traço original em volume 1 : 3,7 : 10 considerado para as estruturas de gravidade da barragem PA IV). Entretanto, as amostras de menores profundidades de corte, ou seja, as amostras F2-11m e F3B-11m, não apresentaram entre si correlação com os traços originais em volume disponíveis. Apesar disso, dado a praticidade de execução do método e a falta de pesquisas com esse objetivo em questão, os resultados encontrados foram satisfatórios.

Por fim, ressalta-se como recomendação para trabalhos futuros: análise microestrutural de amostras de gel de RAS retirados diretamente da barragem PA IV; a caracterização microestrutural das jazidas e agregados utilizados na construção da barragem; o estudo das condições termodinâmicas que permitem a existência da etringita no concreto da barragem, mesmo após anos de existência dos concretos; etc.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12655: Concreto de cimento Portland - Preparo, controle, recebimento e aceitação - Procedimento**. Rio de Janeiro, 2022.

BANGERT, F. et al. Environmentally induced deterioration of concrete: physical motivation and numerical modeling. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 70, n. 7–8, p. 891–910, 1 maio 2003.

CARDE, C.; FRANÇOIS, R.; TORRENTI, J. M. Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste: Modeling the mechanical behavior. **Cement and Concrete Research**, v. 26, n. 8, p. 1257–1268, 1 ago. 1996.

CAVALCANTI, M. DE B. et al. Evaluation of rheological models for concrete submitted to alkali-aggregate reaction based on numerical analysis of damping - free expansion. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 14, n. 2, p. 1–18, 2021.

CHESF. **RTS 9.5.8.126-063/2002**. São Paulo: [s.n.].

CHESF. **RTS 9.5.8.126-008/2003-Rev.2**. São Paulo: [s.n.].

CHESF. **RTS 9.9.8.011-050/2011-Anexo A**. São Paulo: [s.n.].

CHESF. **DES.No DOCG.02.002/2013**. Recife: COMPANHIA HIDRELÉTRICA DO SÃO FRANCISCO, 2013.

**Chesf - Complexo Paulo Afonso**. Disponível em: <<https://www.chesf.gov.br/SistemaChesf/Pages/SistemaGeracao/ComplexoPauloAfonso.aspx>>. Acesso em: 18 out. 2021.

**Chesf - Paulo Afonso IV**. Disponível em: <<https://www.chesf.gov.br/SistemaChesf/Pages/SistemaGeracao/PauloAfonsoIV.aspx>>. Acesso em: 18 out. 2021.

COSTA, R. V. G. **AVALIAÇÃO MICROMECAÂNICA DE AGREGADOS GRAÚDOS SUJEITOS À REAÇÃO ÁLCALI AGREGADO - RAA**. [s.l.] UFPB, 2019.

DE LARRARD, T. et al. Concrete calcium leaching at variable temperature: Experimental data and numerical model inverse identification. **Computational Materials Science**, v. 49, n. 1, p. 35–45, jun. 2010.

DOLEN, T. P. Historical Development of durable concrete for the Bureau of Reclamation. In: **C. S. Stephen, Just add water: Reclamation projects and development fantasies in the Upper Basin of the Colorado River**. Colorado: U S: Department of the Interior Denver, 2008. p. 135–151.

FERNANDES, I. Composition of alkali–silica reaction products at different locations within concrete structures. **Materials Characterization**, v. 60, n. 7, p. 655–668, jul. 2009.

FERNANDES, I.; NORONHA, F.; TELES, M. Microscopic analysis of alkali–aggregate reaction products in a 50-year-old concrete. **Materials Characterization**, v. 53, n. 2–4, p. 295–306, 1 nov. 2004.

FERNANDES, I.; NORONHA, F.; TELES, M. Examination of the concrete from an old Portuguese dam: Texture and composition of alkali–silica gel. **Materials Characterization**, v. 58, n. 11–12, p. 1160–1170, 1 nov. 2007.

GHOLIZADEH VAYGHAN, A.; RAJABIPOUR, F.; ROSENBERGER, J. L. Composition–rheology relationships in alkali–silica reaction gels and the impact on the gel’s deleterious behavior. **Cement and Concrete Research**, v. 83, p. 45–56, maio 2016.

GILLOTT, J. E. Alkali-aggregate reactions in concrete. **Engineering Geology**, v. 9, n. 4, p. 303–326, 1 dez. 1975.

HOU, X.; STRUBLE, L. J.; KIRKPATRICK, R. J. Formation of ASR gel and the roles of C-S-H and portlandite. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 9, p. 1683–1696, set. 2004.

HU, J. Carbonisation and calcium leaching-induced deterioration of concrete in dams: field inspection and microstructural investigation. **European Journal of Environmental and Civil Engineering**, v. 24, n. 12, p. 2046–2069, 2020.

HU, M. Y. et al. Investigation on dissoluble erosion of large and medium sized concrete dams in Jiangxi Province. **Journal of Yangtze River Scientific Research Institute**, v. 35,

p. 54–59, 2018.

LENG, Y. **Materials Characterization**. 2. ed. Weinheim, Germany: Wiley-VCH, 2013.

LI, J. et al. Green concrete containing diatomaceous earth and limestone: Workability, mechanical properties, and life-cycle assessment. **Journal of Cleaner Production**, v. 223, p. 662–679, 20 jun. 2019.

MAIA NETO, F. M. et al. Considerations on the effect of temperature, cation type and molarity on silica degradation and implications to ASR assessment. **Construction and Building Materials**, v. 299, p. 123848, set. 2021.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 4. ed. São Paulo: IBRACON, 2014.

MILANESI, C. A. et al. an Expansive Dolostone From Argentina - the Common Dilemma : Acr or Another Variant of Asr ? **14th International conference on Alkali aggregate Reaction**, 2012.

MILLER, S. A.; HORVATH, A.; MONTEIRO, P. J. M. Impacts of booming concrete production on water resources worldwide. **Nature Sustainability**, v. 1, n. 1, p. 69–76, 8 jan. 2018.

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. **TECNOLOGIA DO CONCRETO**. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013.

PAN, J. et al. Numerical prediction of swelling in concrete arch dams affected by alkali-aggregate reaction. **European Journal of Environmental and Civil Engineering**, v. 17, n. 4, p. 231–247, abr. 2013.

PAPADAKIS, V. G.; VAYENAS, C. G.; FARDIS, M. N. Experimental investigation and mathematical modeling of the concrete carbonation problem. **Chemical Engineering Science**, v. 46, n. 5–6, p. 1333–1338, 1 jan. 1991.

PORTELLA, K. F. et al. Physical chemistry research of a concrete dam with over 50 years of operation. **Ceramica**, v. 58, n. 347, p. 374–380, set. 2012.

POURBAIX, M. Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions. p. 644, 1974.



RAJABIPOUR, F. et al. Alkali–silica reaction: Current understanding of the reaction mechanisms and the knowledge gaps. **Cement and Concrete Research**, v. 76, p. 130–146, 9 out. 2015.

RICHARDSON, I. G. The calcium silicate hydrates. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 2, p. 137–158, fev. 2008.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2, n. 2, p. 65–71, 2 jun. 1969.

SCHMIDT, T. et al. Physical and microstructural aspects of iron sulfide degradation in concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 3, p. 263–269, 1 mar. 2011.

SCRIVENER, K. L.; YOUNG, J. F. **Mechanisms of chemical degradation of cement-based systems**. 1. ed. [s.l.] CRC Press, 1997.

SHAYAN, A.; GRIMSTAD, J. Deterioration of concrete in a hydroelectric concrete gravity dam and its characterisation. **Cement and Concrete Research**, v. 36, n. 2, p. 371–383, 1 fev. 2006.

SIMS, I.; POOLE, A. B. **Alkali-Aggregate Reaction in Concrete**. [s.l.] CRC Press, 2017.

STANTON, T. E. Expansion of concrete through reaction between cement and aggregate. **Proceedings ASCE**, v. 66, n. 10, p. 1781–1811, 1940.

STARK, D. **The moisture condition of field concrete exhibiting alkali-silica reactivity**. American Concrete Institute, ACI Special Publication. **Anais...**American Concrete Institute, 1 ago. 1991

SWAMY, R. N. **The Alkali-silica reaction in concrete**. [s.l.] Blackie, 1992.

SWENSON, E. G. A Reactive aggregate undetected by ASTM tests. **ASTM Bulletin**, n. 226, p. 48–51, 1957.

TAYLOR, H. F. .; FAMY, C.; SCRIVENER, K. . Delayed ettringite formation. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 5, p. 683–693, maio 2001.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. [s.l.] Thomas Telford Publishing, 1997.

THOMAS, M. The role of calcium hydroxide in alkali recycling in concrete. **Materials Science of Concrete Special**, p. 225–236, 2001.

XING, L. S. Surface carbonating of concrete dam and its perniciousness analysis. **Chinese Journal of Hydroelectric Engineering**, v. 4, p. 67–73, 2003.