

ANÁLISE MICROESTRUTURAL PARA O ESTUDO DE REAÇÃO ÁLCALI-SÍLICA E DA FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA EM ESTRUTURAS DE CONCRETO

MICROSSTRUCTURAL ANALYSIS FOR THE STUDY OF PATHOLOGIES IN CONCRETES

Dioice Schovanz¹

Francieli Tiecher²

Aline Zanchet³

Revista Infinity

Revista dos Cursos de Arquitetura e Urbanismo, Engenharia Civil e Engenharia de Produção da Uceff.

Vol 5, n. 1, 2020

ISSN 2525-3204

¹ Mestre em Engenharia Civil pela IMED. Graduada em Engenharia Civil pela URI/FW. Docente da UCEFF em Itapiranga/SC. E-mail: dioice.s@hotmail.com.

² Pós-doutorado, doutorado e mestrado em Engenharia Civil pela UFRGS. Graduada em Engenharia Civil pela Universidade de Passo Fundo. Coordenadora do mestrado em Engenharia Civil da IMED. E-mail: francielipf@yahoo.com.br.

³ Doutora em Nanociência e Materiais Avançados pela Universidade Federal do ABC. Mestrado em Materiais pela Universidade de Caxias do Sul. Possui graduação em Engenharia Química pela Universidade de Caxias do Sul. Docente da IMED. E-mail: aline.zanchet@imed.edu.br.

Resumo

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica difundida para percepção da microestrutura de corpos sólidos. De acordo com a situação pode ainda ser necessária a Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X (EDS), uma extensão do ensaio MEV que possibilita avaliar, a partir da emissão de raios X característicos, perfis e mapas químicos. Dentre as aplicações para as quais estes ensaios podem ser empregados estão as verificações de patologias no concreto, tais como a formação da etringita tardia (DEF) e a reação álcali-silica (RAS). DEF e RAS possuem grande semelhança no que diz respeito à forma de manifestarem-se. Ambas implicam em expansão do concreto e consequente fissuração, exigindo, portanto, análises de ampliação de alta performance para diagnóstico, visto que, as diferenças são principalmente de ordem morfológica e química dos produtos formados. O presente trabalho objetivou apresentar as características de ambas manifestações patológicas macro e micro estruturalmente e as feições observadas através de MEV por diversos autores ao longo dos anos até os dias atuais. Como metodologia abordada, fez-se buscas em publicações que visam identificar a presença de RAS e DEF em estruturas de concreto. Os principais resultados dessa pesquisa abordam que o emprego das análises em MEV conjuntamente com EDS permitem identificar ambas as ocorrências, verificando que a DEF transparece como formatos de agulhas e espectros de EDS com picos de cálcio, alumínio e enxofre, enquanto a RAS apresenta feições características do gel sílico-alcálico, composto preponderantemente por silício, cálcio, sódio e potássio.

Palavras-chave: Concreto; Energia dispersiva de Raios-X (EDS); Formação da etringita tardia (DEF); Microscopia eletrônica de varredura (MEV); Reação álcali-silica (RAS).

Abstract

Scanning Electron Microscopy (SEM) is a widespread technique for the perception of the microstructure of solid bodies. According to the situation, X-ray Dispersive Energy Spectroscopy (EDS), an extension of the MEV test that allows the evaluation of characteristic X-ray emission, profiles and chemical maps can still be required. Among the applications for which these tests may be employed are tests for pathologies in concrete, such as delayed ettringite formation (DEF) and alkali silica (RAS). DEF and RAS bear great resemblance to how they manifest. Both implies expansion of the concrete and consequent cracking, requiring, therefore, analyzes of high performance amplification for diagnosis, since the differences are mainly of morphological and chemical order of the formed products. The present work aimed to present the characteristics of both macro and micro structural pathological manifestations and the features observed through SEM by several authors over the years to the present day. As approached methodology, searches were made in publications that aim to identify the presence of RAS and DEF in concrete structures. The main results of this research address that the use of SEM analysis in conjunction with EDS allows to identify both occurrences, verifying that the DEF appears as needle shapes and EDS spectra with calcium, aluminum and sulfur peaks, while the RAS presents characteristic features silica-alkaline gel, composed mainly of silicon, calcium, sodium and potassium.

Keywords: Concrete; X-ray dispersive energy (EDS); Delayed Ettringite Formation (DEF); Scanning electron microscopy (SEM); Alkali-aggregate reaction (RAA).

Introdução

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) tornou-se um instrumento imprescindível nas mais diversas áreas de pesquisa, visto que, tanto o desenvolvimento de novos materiais, como a análise e investigação dos já existentes, exigem um número de informações bastante detalhadas, principalmente das características microestruturais passíveis de serem observadas neste equipamento (SILVA, 2009). Na engenharia o MEV é amplamente utilizado para investigar a microestrutura do concreto. As análises resultam da interação do feixe eletrônico com o material da amostra, permitindo avaliar a topografia de amostras fraturadas de concreto, quando a análise é através de elétrons secundários (BSE), bem como investigar com maior precisão zonas de interface, presença de deposições, entre outras, através de elétrons retroespalhados (BSD). As análises por MEV permitem verificar a morfologia e a textura dos sistemas cimentícios, zonas de interface (pasta e agregado) e presença de materiais depositados nos poros (LEKLOU *et al.*, 2016). O potencial do MEV tornou-se ainda maior com a adaptação na câmara da amostra de detectores de raios-X, permitindo a realização de microanálises, em regiões localizadas das amostras, através do espectrômetro por energia dispersiva de raios X (EDS) (HASPARYK, 2005; BATISTA 2013).

A utilização do MEV na análise de concretos é de grande importância uma vez que além de avaliar as características do compósito também é possível investigar patologias. A existência de patologias no concreto interfere diretamente na durabilidade e no desempenho do material, causando problemas sociais, econômicos e de segurança (MEHTA; MONTEIRO, 2014; SCHMALZ, 2018). Diversos tipos de patologias precisam da realização de MEV para que seja possível a confirmação da sua existência, bem como, dos elementos químicos responsáveis pelo desencadeamento das anomalias (MELO *et al.*, 2012; MOHR; BRYANT, 2016; TIECHER *et al.*, 2017).

Manifestações patológicas como a reação álcali-silica (RAS) e a formação da etringita tardia (DEF) necessitam de análises contundentes e precisas para serem devidamente diagnosticadas no concreto. São comuns os casos de ocorrência concomitante de ambas no concreto, as quais apresentam indícios de existência muito parecidos, no entanto elas são quimicamente diferentes, podendo ser identificadas através do MEV em conjunto com EDS (MARTIN *et al.*, 2017; MA *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2017).

Para Martin *et al.*, (2017) e Kchakech *et al.*, (2016), RAS e DEF são dois processos endógenos que levam à expansão do concreto devido aos seus mecanismos de

manifestação. Embora muito diferentes ambos os mecanismos causam rachaduras e diminuem as propriedades mecânicas do concreto. Além das análises em MEV, também é possível tentar diferenciar as reações da seguinte forma: RAS espalha-se na pasta de cimento e causa níveis elevados de expansão; DEF resulta expansões uniformes na pasta de cimento, manifestando-se principalmente na interface entre o agregado e a pasta. Uma das vantagens de se utilizar o MEV em conjunto com o EDS é a resposta química, que facilita a identificação e análise dos materiais.

Diante do exposto, o presente trabalho tem por objetivo avaliar a importância da microscopia eletrônica de varredura, em conjunto com EDS nas avaliações da presença de patologias no concreto e, especificamente, DEF e RAS.

Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva

Os microscópios são equipamentos que permitem visualizar características microestruturais de objetos sólidos, impossíveis de serem observadas a olho nu. Através destes aparelhos é possível obter informações sobre morfologia dos mais variados tipos de materiais, bem como a identificação de elementos químicos. Sua utilização é comum nas áreas da biologia, engenharia, química, física, farmácia, medicina e geologia (BRANDÃO, 2010).

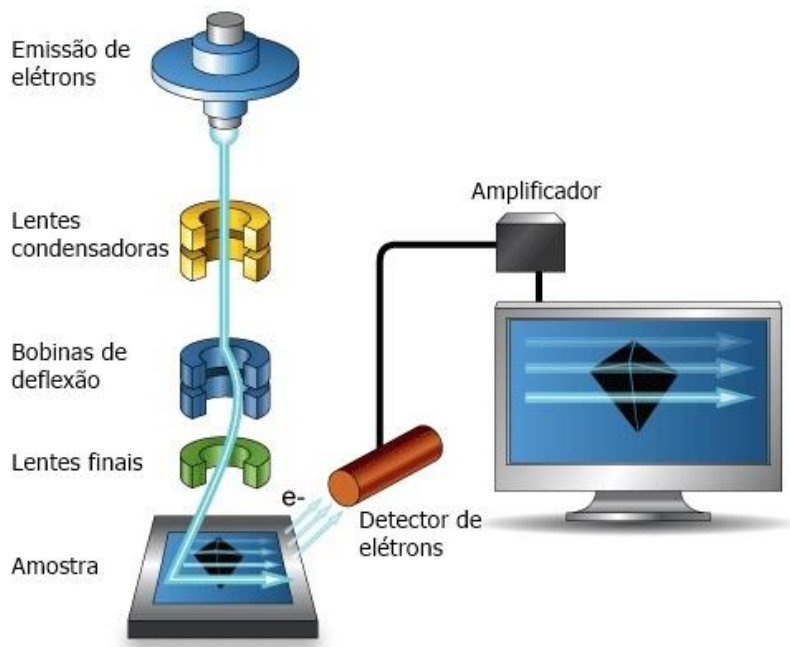
Os microscópios ópticos convencionais utilizam lupas e fótons da luz visível ou ultravioleta. Enquanto Microscópios Eletrônicos de Varredura (MEV) funcionam pela emissão de elétrons ao invés de fótons, o que amplia a resolução limitada a 2.000 vezes nos aparelhos convencionais para cerca de 300.000 vezes com o MEV. Além disso, devido o alto poder de penetração dos elétrons na matéria e da elevada energia destes, é possível a visualização ampla do campo com aparência tridimensional (DEDAVID *et al.*, 2007). Para Brandão (2010) os sinais mais utilizados para a obtenção de imagens são os elétrons secundários, elétrons retroespalhados e os raios X.

O princípio de funcionamento do MEV, retratado na Figura 1, consiste em utilizar a aplicação de energia ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica com varredura sincronizada. A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (MANNHEIMER, 2002).

Os elétrons produzidos pela fonte de emissão compõem o feixe primário, já aqueles resultantes da interação com o material são chamados de elétrons secundários, têm-se, ainda, os elétrons retroespalhados, os quais sofreram espalhamento elástico

devido à colisão com a amostra. Para obtenção da imagem, os feixes mais utilizados são os elétrons secundários e/ou elétrons retroespalhados. (DEDAVID *et al.*, 2007).

Figura 1 – Funcionamento do MEV.



Fonte: Adaptado de Maria, 2013.

As imagens e análises físico-químicas são formadas pelos elétrons e ondas eletromagnéticas resultantes da interação com a amostra e que retornam à superfície até atingirem o detector.

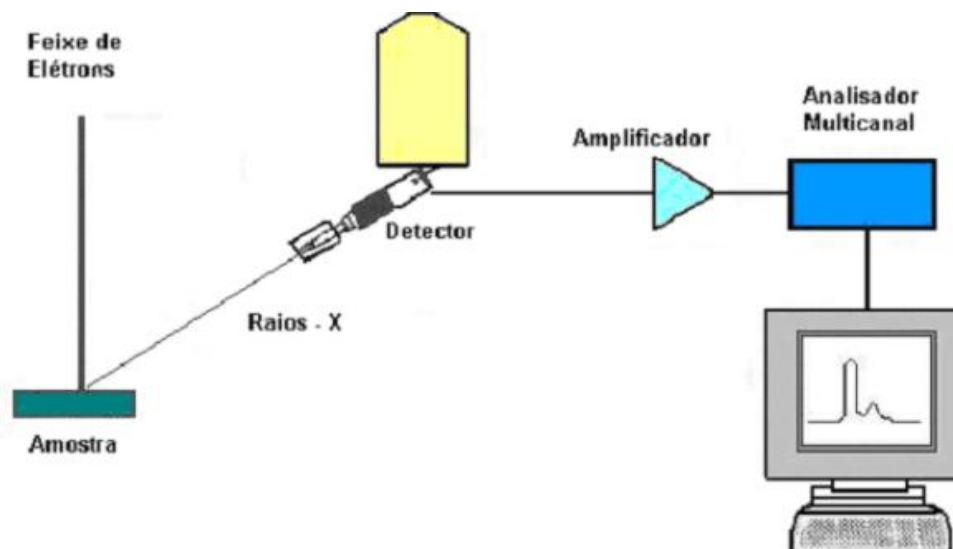
Segundo Mannheimer (2002) o MEV permite a aquisição de muitas informações, tais como: orientação cristalina, diferenciação entre elementos, potencial elétrico e campos magnéticos. Também é possível, utilizando raios-X característicos, mapear visualmente a composição de uma microrregião.

Juntamente com as análises em MEV pode ser realizada uma análise que possibilita verificar a composição química qualitativa e semiquantitativa das amostras, por emissão de energia dispersiva de raios X. Ocorre que a fluorescência de raios X da amostra é dirigida para um detector que produz uma distribuição de palpitações proporcionais à entrada de fótons de energia na amostra (SOUZA *et al.*, 2002).

A análise de uma microrregião através dessa técnica pode ser realizada pela identificação e quantificação da energia e do comprimento de onda de raios X que se

dispersa após a emissão de elétrons. Tal detecção ocorre através de um espectrômetro, conforme demonstrado no esquema da Figura 2.

Figura 2 – Funcionamento do MEV em conjunto do EDS.



Fonte: Klauss, 2003.

Um material semicondutor é empregado para detectar os raios-X e um analisador multicanal, que transforma a energia de raios-X em uma contagem eletrônica, apresenta a análise química através de mapas e perfis (DUARTE *et al.*, 2003).

Metodologia

A presente pesquisa aborda o emprego de MEV e EDS em publicações que visam identificar a presença de RAS e DEF em estruturas de concreto.

No estudo foram pesquisados 10 autores que empregaram essas técnicas tanto para identificação/diagnóstico de RAS e DEF, sendo estes representativos de um número muito maior de referências, uma vez que seria impossível abordar todas. A Tabela 1 apresenta os autores abordados para avaliação dessas técnicas nas manifestações patológicas em questão, bem como qual a manifestação abordada no trabalho.

Tabela 1 – Relação de autores abordados neste estudo.

Autor	Ano	Manifestação patológica
Hasparyk	2005	RAS
Tiecher	2006	
Kawabata e Yamada	2017	
Sahu e Tawlow	2004	DEF
Thomas <i>et al.</i>	2008	
Melo <i>et al.</i>	2010	
Zhang <i>et al.</i>	2017	RAS/DEF
Ma <i>et al.</i>	2017	
Blanco <i>et al.</i>	2019	
Madsen <i>et al.</i>	2019	

Fonte: Autores 2019.

Resultados e Discussões

São comuns os casos de ocorrência concomitante de RAS e DEF (MARTIN *et al.*, 2017; MA *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2017). A perda de álcalis a partir da solução de poros devido à RAS pode levar à situação na qual a DEF é preferencial (COLLEPARDI, 2003; MA *et al.*, 2017). Na sequência deste capítulo serão abordadas ambas as manifestações patológicas.

Reação Álcali-Sílica (RAS)

Estruturas de concreto sujeitas à intensa umidade estão mais propensas à problemas de durabilidade, tanto pela perda das propriedades elementares do material devido ao contato direto com a água ao longo do tempo, quanto pelas reações químicas promovidas pela formação de novos elementos, devido a presença de íons solúveis no concreto. Um dos exemplos de reação química que ocorre pelo contato constante de umidade com o concreto é a reação álcali-sílica, RAS.

Trata-se de uma reação química deletéria que ocorre entre certos minerais presentes nos agregados (aqueles ricos em sílica) e os íons alcalinos provenientes do cimento, promovendo expansão do concreto pela formação de um gel sílico-alcalino que possui características higroscópicas. Quando esse produto preenche os poros do concreto gera tensões internas de tração e, por consequência, um quadro de fissuração desordenada, podendo chegar à deformações diferenciais. Estas ocorrências debilitam as propriedades mecânicas do concreto e reduzem a vida útil da estrutura (WIGUM *et al.*, 2016). A Figura 3 apresenta o aspecto das manifestações patológicas de estruturas afetadas pela RAS.

Figura 3 – Aspectos da manifestação patológica RAS.



(a) Fissuração generalizada.

(b) Deslocamento da estrutura.

Fonte: Blanco, et al., 2019.

Os agregados mais propensos a desenvolver a reação são aqueles que contêm, principalmente, quartzo intensamente deformado ou material amorfo (ex.: vidro vulcânico) (BARROS *et al.*, 2016; JONGPRATEEP *et al.*, 2018). A presença de RAS é mais comum em estruturas hidráulicas, tais como barragens de concreto (BLANCO *et al.*, 2019) e pontes (SEIGNOL *et al.*, 2012), porém, também já foi identificada em muitos pavimentos de concreto (MAIZA; MARFIL, 2003) e também em fundações de edifícios (ANDRADE, 2006).

As manifestações decorrentes da RAS podem ser confundidas com as decorrentes de outras reações nas estruturas. Por isso, a comprovação da presença do gel sílico-alcalino proveniente da RAS é possível apenas através de análise em MEV e EDS.

Formação da Etringita tardia (DEF)

A formação de etringita tardia, conhecida pela sigla DEF (*Delayed Ettringite Formation*), é um processo complexo envolvendo a formação da etringita quando o material cimentício já está no estado endurecido (TAYLOR *et al.*, 2001).

A DEF ocorre quando não é realizado todo o consumo dos aluminatos no processo de hidratação do cimento, tendo ainda a fase sulfatada no interior do concreto após as primeiras horas de hidratação. Ou seja, quando os sulfatos solúveis, tanto os

alcalinos, presentes no clínquer, quanto os de cálcio, adicionados nas formas de gesso (que reagem com o C_3A) não são totalmente diluídos nos primeiros instantes de contato entre o cimento com a água (TAYLOR, 1997; ODLER 1998; COLLEPARDI, 2003).

Esse problema ocorre quando as temperaturas no momento da cura estão superiores a $65^{\circ}C/70^{\circ}C$, pois nessa temperatura a etringita primária não se forma. Após o endurecimento, quando há o resfriamento do concreto, os sulfatos passam a reagir quimicamente para a formação, de modo lento, da etringita tardia (GODART, 2017). Para a ocorrência da DEF, além da elevada temperatura nas primeiras horas após a mistura do cimento com a água, é necessária a presença de umidade e a presença de sulfato em excesso no cimento (COLLEPARDI, 2003; MYURAN *et al.*, 2015; SILVA *et al.*, 2018).

A formação tardia da etringita em uma matriz já enrijecida promove fissuração generalizada nas estruturas, conforme ilustrado na Figura 4. Do mesmo modo que a RAS, o diagnóstico da ocorrência da DEF só é possível com o emprego da análise por MEV e EDS.

Figura 4 – Aspectos da manifestação patológica DEF.



Fonte: Godart, 2017.

Emprego de MEV e EDS para avaliação de RAS e DEF

RAS (Figura 5 (a)) e DEF (Figura 5 (b)) apresentam, de modo geral, semelhanças nos padrões de fissuração e manifestação visualmente não identificáveis sem o emprego de técnicas microscópicas. Por isso, diversos autores salientam que há

necessidade de análises microestruturais para avaliação de ambas as manifestações patológicas (SEIGNOL *et al.*, 2012).

Figura 5 – Semelhança entre as manifestações macroscópicas da RAS e da DEF.



(a)

Fonte: Andrade (2006).

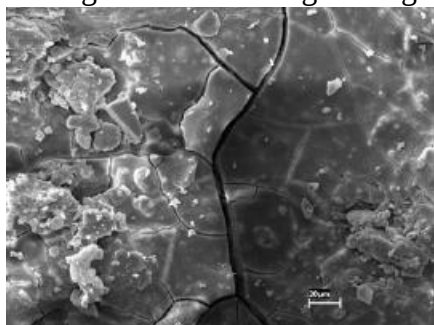


(b)

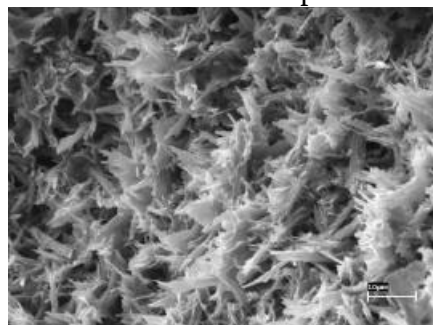
Fonte: Seignol et al., (2012).

Microscopicamente ambas as reações se apresentam bastante distintas, conforme pode ser observado nas Figuras 6 e 7. Os produtos da RAS, de modo geral, preenchem os poros e as bordas entre a matriz cimentícia e os agregados (devido a reação entre ambos), sendo estes caracterizados pelos seguintes aspectos: rosáceas, gel gretado botrioidal, gel maciço gretado, cristais sílico-cálcico, finas acículas, cristais rendados (HASPARYK, 2005). Muitas vezes, a avaliação em MEV também permite observar a presença de fissuras a partir do agregado, as quais ocorrem devido às tensões de tração que o gel promove na matriz (KWON, 2005).

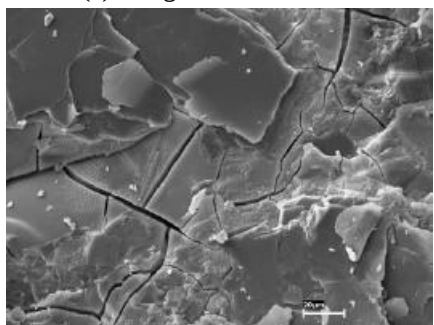
Figura 6 – Morfologias do gel característico da RAS em análise por MEV.



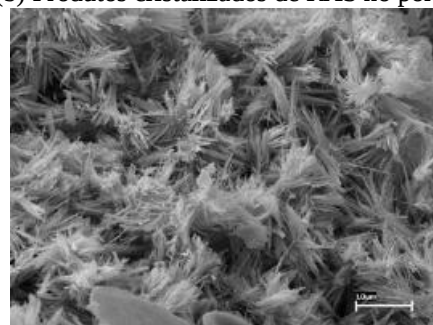
(a) Gel gretado botrioidal.



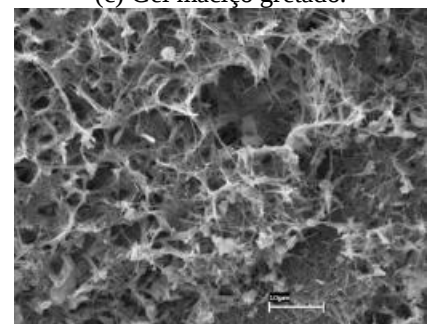
(b) Produtos cristalizados de RAS no poro.



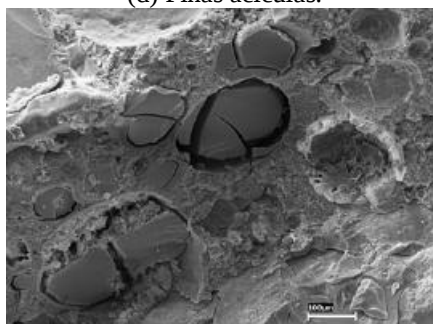
(c) Gel maciço gretado.



(d) Finas acículas.



(e) Cristais rendados.

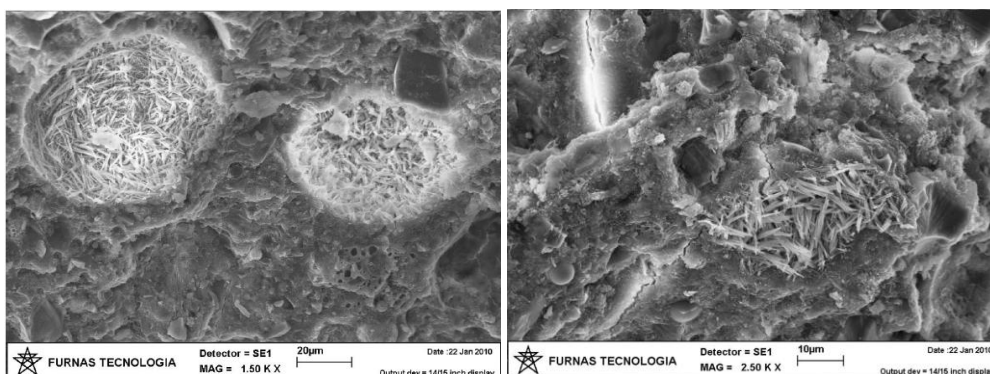


(f) Poros preenchidos por gel.

Fonte: Hasparyk, 2005.

No caso da DEF as feições características observadas em MEV são a presença de agulhas preenchendo poros e vazios da matriz (Figura 7). Também ocupam a zona de transição pasta/agregado (Figura 8) mas, neste caso, não pela reação com o agregado e sim pela presença de uma quantidade maior de água nesta região, conforme relatam Mehta e Monteiro (2014).

Figura 7 – Morfologia das neoformações dos cristais de DEF.

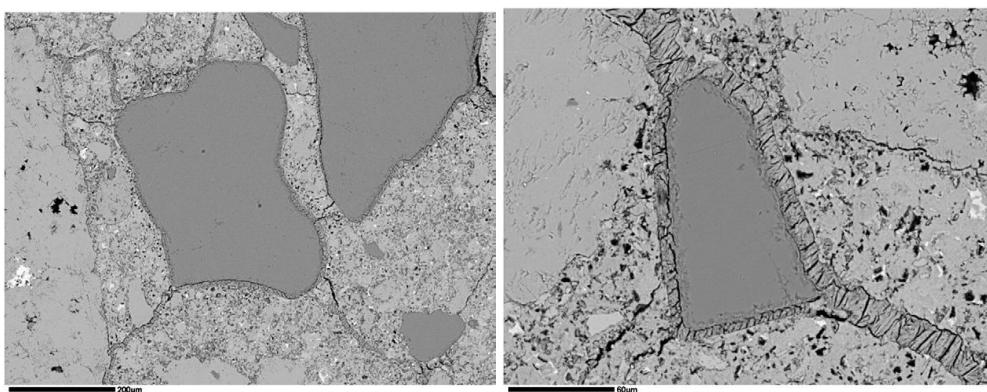


(a) Poros preenchidos com DEF.

(b) Cristais de DEF neoformados na matriz.

Fonte: Melo et al., 2010.

Figura 8 – DEF preenchendo os espaços intersticiais da interface pasta/agregado.



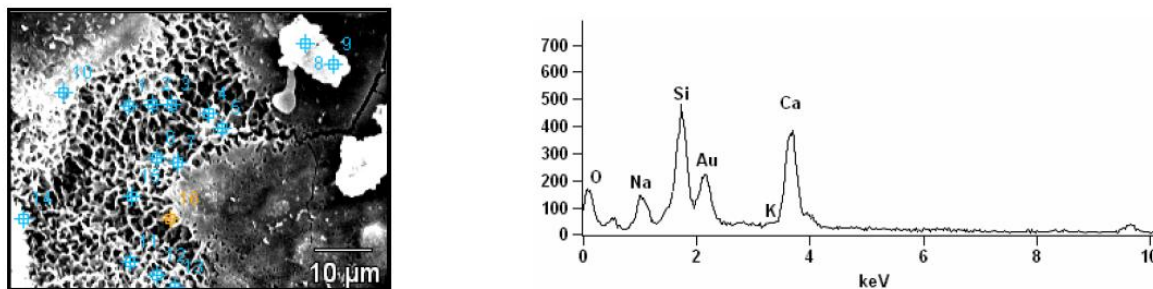
(a) Fissuras no entorno do agregado. (b) Fissuras preenchidas com cristais de DEF.

Fonte: THOMAS et al., 2008.

Embora as imagens obtidas em MEV sejam características tanto para RAS quanto para DEF, sem a análise através de EDS não é possível ter certeza da presença dos constituintes de ambas as reações, que no caso da RAS é o gel sílico alcalino, composto predominantemente de sódio (Na), potássio (K), sílica (Si) e cálcio (Ca). Para avaliação da ocorrência de DEF, o espectro de EDS precisa apresentar os constituintes da etringita, ou seja, a presença de alumínio (Al), enxofre (S) e cálcio (Ca).

Para verificação da existência de RAS, Tiecher (2006) realizou o ensaio de MEV por elétrons secundários em conjunto com EDS, concluindo, conforme retrata a Figura 9, a presença de morfologias características de gel sílico-alcalino, corroborado através de EDS, ou seja, contendo Si, Ca, Na e K. A análise química por EDS consegue verificar a proporção de cada elemento químico, estimando a relação CaO/SiO_2 , que no caso da RAS quanto menor for, mais expansivo será o gel (menor que 1,5).

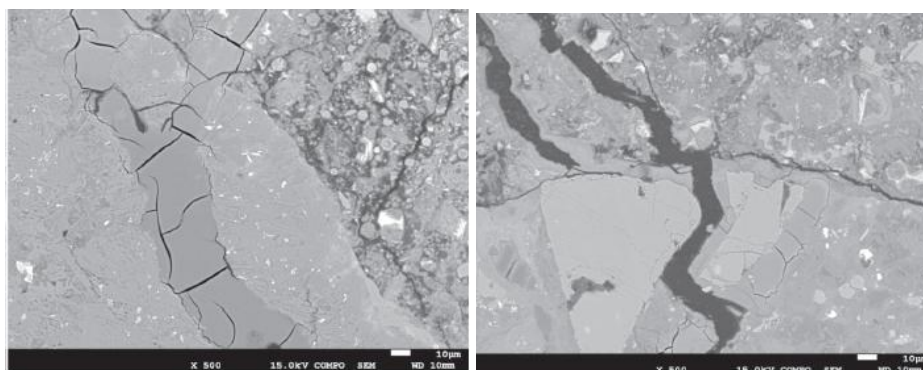
Figura 9 – MEV com espectros obtidos com EDS – gel rendado na interface pasta/agregado – Ampliação 2000x.



Fonte: Tiecher, 2006.

Empregando imagens de MEV por elétrons retroespalhados, Kawabata e Yamada (2017) verificaram a presença de gel da RAS em misturas contendo cinza volante, evidenciando existir um teor péssimo de adição para que possa ser inibida a ocorrência da reação, conforme mostra a Figura 10.

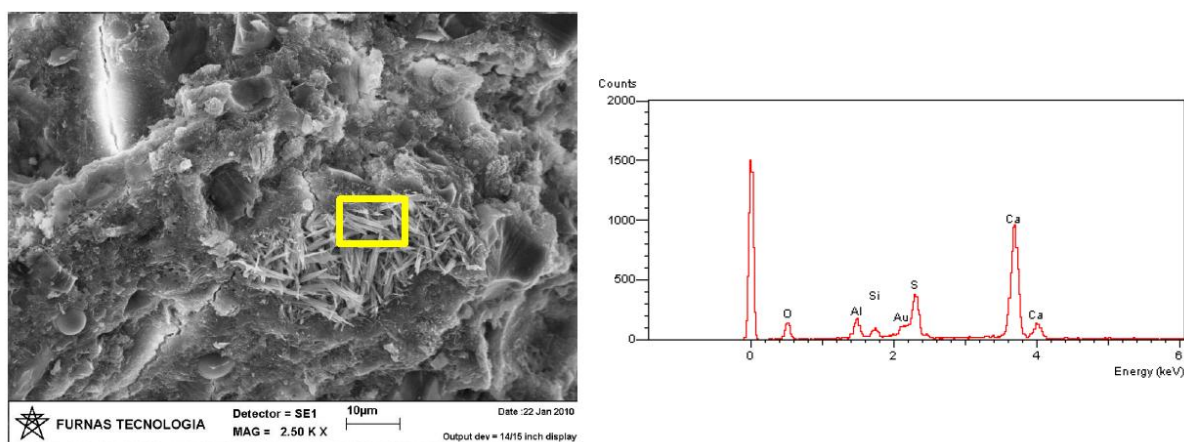
Figura 10 – MEV por elétrons retroespalhados em RAS.



Fonte: Kawabata e Yamada, 2017.

Na Figura 11 apresenta-se uma imagem obtida por Melo *et al.*, (2010), empregando MEV por elétrons secundários, em conjunto com EDS para avaliação da presença de etringita tardia em concretos.

Figura 11 - MEV com espectros obtidos com EDS – cristais neoformados de etringita na pasta de concreto.

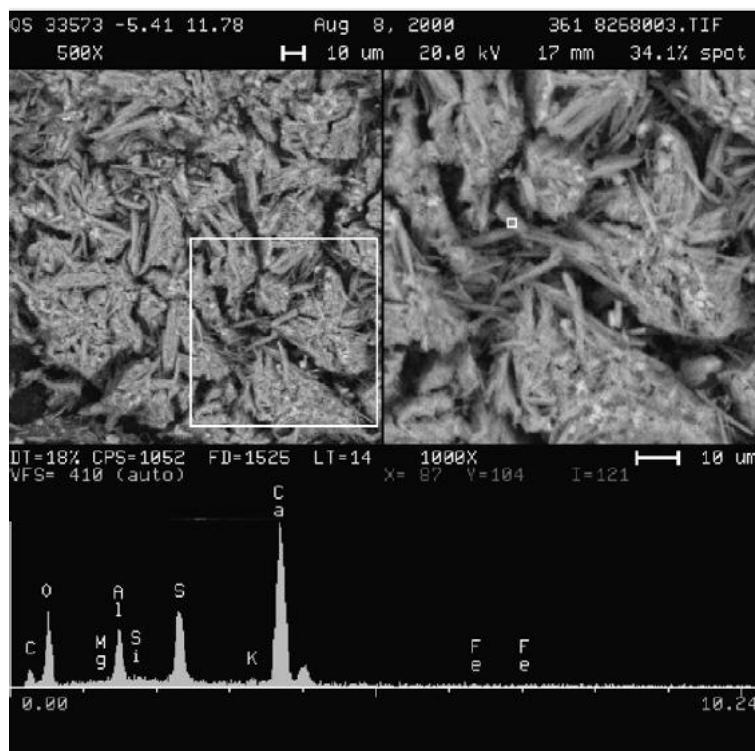


Fonte: MELO *et al.*, 2010.

A identificação da DEF é bastante complexa, uma vez que quando é feita a observação em MEV, a etringita presente na matriz não necessariamente será de origem tardia. Dessa forma, é muito importante avaliar o contexto da formação da etringita no concreto, ou seja, presença de umidade e elevada temperatura nas primeiras horas após a concretagem.

No estudo de Sahu e Tawlow (2004) foi observada a presença de DEF em concretos de lastros de ferrovias na Suíça. A microanálise através de MEV por elétrons retroespalhados, em conjunto com EDS foi fundamental para o diagnóstico do problema (Figura 12).

Figura 12 – Microanálise através de MEV por elétrons retroespalhados em conjunto com EDS, para verificação de DEF.

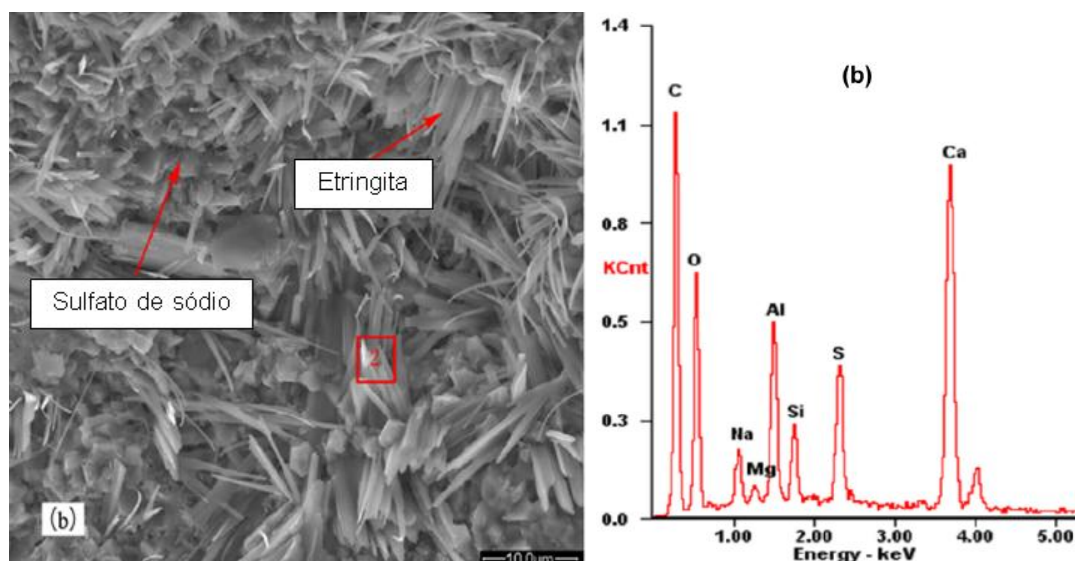


Fonte: Sahu e Tawlow, 2004.

Segundo Zhang *et al.*, (2017) as fases minerais que são prejudiciais ao concreto quando afetado pela RAS e pela DEF referem-se ao gesso (formado pela reação de SO_4^{2-} e $\text{Ca}(\text{OH})_2$) e à etringita (formado pela reação de SO_4^{2-} e aluminato). A migração dos íons de sulfato no concreto, devido às reações químicas dos íons sulfatos com os produtos de hidratação, levam à dissolução de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, redução do pH da solução de poro e à decomposição de gel de CSH. A formação e o crescimento das fases minerais prejudiciais (de gesso e de etringita), bem como a nucleação e a cristalização do sal de sulfato no interior dos poros fornecem a tensão interna para destruir as microestruturas do concreto, ocorrendo assim, a fissuração do concreto.

A Figura 13 retrata a microestrutura do concreto após estar em condição de ataque de sulfato durante 120 dias, observadas através de MEV por elétrons secundários, em conjunto com EDS, sendo notória a presença das duas patologias em conjunto no mesmo elemento de concreto, tanto pelas feições morfológicas observadas, como pelo espectro de EDS, através dos minerais apresentados (ZHANG *et al.*, 2017).

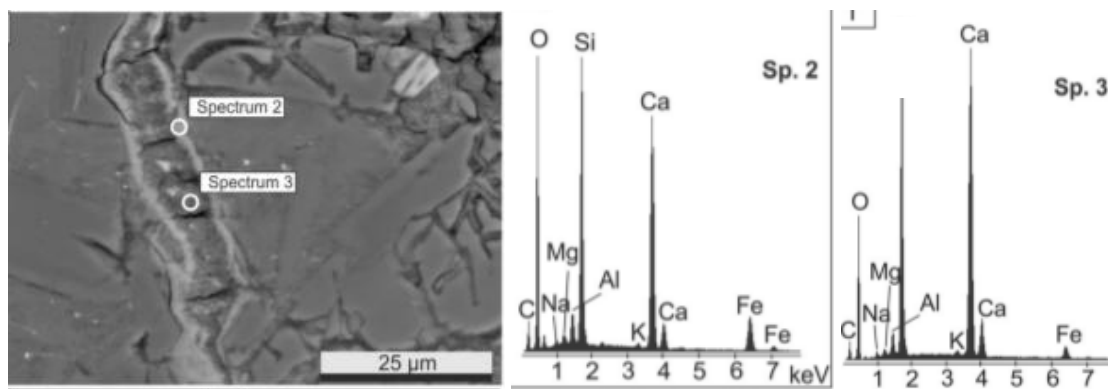
Figura 13 - MEV com espectros obtidos em EDS – RAA e DEF no concreto.



Fonte: ZHANG *et al.*, (2017).

No estudo de Madsen *et al.*, (2019) verificou-se a presença de RAS e DEF em amostras de concreto do nordeste da Argentina. As imagens de MEV por elétrons retroespalhados, juntamente com EDS evidenciam a ocorrência da reação conjunta nos concretos que sofreram com a elevação da temperatura nas primeiras horas após a concretagem (Figura 14).

Figura 14 – Reação conjunta de RAS e DEF.



Fonte: Madsen *et al.*, 2019.

Conclusões

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) possibilita a observação e análise de amostras espessas através de imagens tridimensionais, quanto em amostras de fratura ou naturais, associada a alta resolução que pode ser atingida de até 2 nm à grande

profundidade de foco, da ordem de 1 milhão de vezes em condições ótimas de obtenção de imagens. Com o auxílio da técnica da espectrometria dispersiva de raios-X é possível a análise qualitativa e avaliação semiquantitativa dos elementos químicos presentes (denominada microanálise) de forma rápida e simultânea à observação das imagens.

Mediante a grande proporção de análises e avaliações propiciadas pelo MEV em conjunto ao EDS, verificou-se a importância deste ensaio para diagnóstico das duas patologias abordadas neste estudo. A literatura atesta que as manifestações macroscópicas da DEF e da RAS são praticamente idênticas, uma vez que ambas promovem expansão do concreto e consequente fissuração generalizada. No entanto, o emprego das análises em MEV conjuntamente com EDS permitem identificar ambas as ocorrências. A DEF transparece como formatos de agulhas e espectros de EDS com picos de cálcio, alumínio e enxofre. Enquanto a RAS apresenta feições características do gel sílico-alcalino, composto preponderantemente por silício, cálcio, sódio e potássio.

Referências

ANDRADE T. Histórico de casos de RAA ocorridos recentemente em fundações de edifícios na região metropolitana de Recife. In: SIMPÓSIO SOBRE REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO EM ESTRUTURAS DE CONCRETO. **Anais...** Rio de Janeiro, IBRACON, p.1-16, 2006.

BARROS, S. V. A. et al. Addition of quartzite residues on mortars: Analysis of the alkali aggregate reaction and the mechanical behavior. **Construction and Building Materials**, v. 118, p. 344-351, 2016.

BATISTA, D. G. **Investigação da deterioração de concretos de UHEs por reações com os agregados**. Dissertação de mestrado – Universidade Federal de Goiás, 2013.

BLANCO, A. et al. Lessons learned about the diagnosis of pathologies in concrete dams: 30 years of research and practice. **Construction and Building Materials**, v. 197, p. 356-368, 2019.

BRANDÃO, P. R. G. **Métodos de instrumentação e análise. Notas de aula da disciplina Métodos de Instrumentação e Análise**. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas-PPGEM. Escola de Engenharia-UFMG, 2010.

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

DEDAVID, Berenice Anina; GOMES, Carmem Isse; MACHADO, Giovanna. **Microscopia eletrônica de varredura: Aplicações e preparação de**

amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: Edipucrs, 2007. Disponível em: <<http://www.pucrs.br/edipucrs/online/microscopia.pdf>>. Acesso em: 22 de mai. 2019.

DUARTE, L. C. et al. Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no estudo de gemas exemplos brasileiros. **Pesquisas em Geociências**. Vol. 30, n. 2, p. 3-15. Porto Alegre, RS, 2003.

GODART, B. Pathology, assessment and treatment of structures affected by delayed ettringite formation. **Structural Engineering International**, v. 27, n. 3, p. 362-369, 2017.

HASPARYK, N. P. **Investigação de concretos afetados pela reação álcali-agregado e caracterização avançada do gel exsudado**. Tese de Doutorado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2005.

JONGPRATEEP, O. et al. Effects of glass and limestone aggregates and aluminium on porosity, expansion, and strength of mortar bars. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 3, p. 9306-9311, 2018.

KAWABATA, Y.; YAMADA, K. The mechanism of limited inhibition by fly ash on expansion due to alkali-silica reaction at the pessimum proportion. **Cement and Concrete Research**, v. 92, p. 1-15, 2017.

KCHAKECH, B. et al. Effect of temperature and curing duration of early heat treatments on the risk of expansion associated with delayed ettringite formation. In: **15th international conference on alkali aggregate reaction**, p. 10, 2016.

KLAUSS, P. **Estudo da obtenção de imagens no microscópio eletrônico de varredura e espectros na microanálise por energia dispersiva**. Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação de Química Bacharelado da Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2003.

KWON, Y. A study on the alkali-aggregate reaction in high-strength concrete with particular respect to the ground granulated blast-furnace slag effect. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 7, p. 1305-1313, 2005.

LEKLOU, N.; NGUYEN, V.; MOUNANGA, P. The effect of the partial cement substitution with fly ash on Delayed Ettringite Formation in heat-cured mortars. **KSCE Journal of Civil Engineering**. v. 21, n. 4, p. 1359-1366, 2016.

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

MADSEN, L. et al. Alkali-silica reactivity of basaltic aggregates of Mesopotamia Argentina: case studies. **Bulletin of Engineering Geology and the Environment**, p. 1-15, 2019.

MAIZA, P.; MARFIL, S. A. Evolución de los pavimentos de concreto afectados por la reacción álcali-sílice (RAS) en la ciudad de Bahía Blanca (Provincia de Buenos Aires, Argentina). In: 10º Congreso Geológico Chileno, 2003.

MANNHEIMER, W. A. **Microscopia dos materiais: uma introdução**. Editora E-papers. Rio de Janeiro, 2002.

MARIA, D. A. **O MEV na prática**: Princípios de funcionamento do MEV. 2013. Disponível em: <<https://sites.google.com/a/unifei.net/emt/pratica>>. Acesso em: 22 maio 2019.

MARTIN, R. P. et al. Evaluation of different techniques for the diagnosis & prognosis of Internal Swelling Reaction (ISR) mechanisms in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 156, p. 956-964, 2017.

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

MELO, *et al.* Efeito da temperatura sobre a microestrutura da pasta de cimento Portland pozolânico e a formação da etringita tardia (DEF). In: 54º Congresso Brasileiro do Concreto, IBRACON. **Anais...** Maceió, 54CBC, 2012.

MELO, *et al.* Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em concreto de cimento Portland pozolânico por calor de hidratação. In: 52º Congresso Brasileiro do Concreto, IBRACON. **Anais...** Maceió, 52CBC, 2010.

MOHR, B. J.; BRYANT, L. B. Utilization of quarry by-products for reduction of expansion due to alkali-aggregate reaction. **Cement and Concrete Composites**, v. 73, p. 235-240, 2016.

MYURAN, K. et al. Strategies for Prevention of Delayed Ettringite Formation in large Concrete Sections. **Engineer: Journal of the Institution of Engineers, Sri Lanka**, v. 48, n. 2, 2015.

ODLER, I. Hydration, setting and hardening of Portland cement. **Lea's Chemistry of cement and concrete**, p. 241-297, 1998.

SAHU, S.; THAULOW, N. Delayed ettringite formation in Swedish concrete railroad ties. **Cement and concrete research**, v. 34, n. 9, p. 1675-1681, 2004.

SCHMALZ, R.. **Durabilidade de argamassas submetidas ao ataque de sulfatos: efeito da adição da nanosílica**. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2018.

SEIGNOL, J. F. et al. From AAR to DEF: numerical modeling of structures affected by expansive reactions in concrete. In: **14th International Conference on AAR in concrete. Texas (USA): Austin**, 2012.

SILVA, C. M. **Estudo da potencialidade de compostos a base de silanos no combate da reação álcali-agregado**. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.

SILVA, D. L. et al. Considerações sobre a formação de etringita tardia (DEF). **Construindo**, v. 9, n. 2, p. 36-46, 2018.

SOUZA, V. C. G. et al. Estudo da influência da microestrutura do clínquer sobre a moagem na fabricação de cimento: microscopia eletrônica de varredura. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 55, n. 3, p. 209-213, 2002.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2nd ed., London: ThomasTelford, 1997.

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

THOMAS, M. et al. Diagnosing delayed ettringite formation in concrete structures. **Cement and concrete research**, v. 38, n. 6, p. 841-847, 2008.

TIECHER, F. et al. Relationship between Degree of Deformation in Quartz and Silica Dissolution for the Development of Alkali-Silica Reaction in Concrete. **Materials**, v. 10, n. 9, p. 1022, 2017.

TIECHER, F. **Reação álcali-agregado: avaliação do comportamento de agregados do sul do Brasil quando se altera o cimento utilizado**. Dissertação de metrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2006.

WIGUM, B. J. et al. Rilem activities on alkali-silica reactions: from 1988-2019. **Construction Materials**, v. 169, p. 233-236, 2016.

ZHANG, Z. et al. Influence of the initial moist curing time on the sulfate attack resistance of concretes with different binders. **Construction and Building Materials**, v. 144, p. 541-551, 2017.