UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
ESCOLA DE ENGENHARIA CIVIL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOTECNIA E CONSTRUÇÃO CIVIL

ESTUDO DE TRATAMENTOS COM LÍTIO NO COMBATE DA REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO

WILSON FERREIRA CÂNDIDO

D0004C09
GOIÂNIA
2009

WILSON FERREIRA CÂNDIDO

ESTUDO DE TRATAMENTOS COM LÍTIO NO COMBATE DA REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil da Universidade Federal de Goiás para obtenção do título de Mestre.
Área de concentração: Construção Civil
Orientadora: Profa. Dra. Nicole Pagan Hasparyk
Co-Orientadora: Profa. Dra. Helena Carasek

D0004C09
GOIÂNIA
2009

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central - UFG

Cândido, Wilson Ferreira.
C217e Estudo de tratamentos com lítio no combate da reação álcali-agregado [manuscrito] / Wilson Ferreira Cândido. - 2009.
xv, 105 f. : il., figs, tabs.

Orientadora: Profa. Dra. Nicole Pagan Hasparyk; Co-orientadora: Profa. Dra. Helena Carasek

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Goiás, Escola de Engenharia Civil, 2009.

Bibliografia.
Inclui lista de figuras, Abreviaturas, Siglas e tabelas.
Apêndices.

1. Concreto 2. Reação álcali-agregado 3. Litio. – Tratamento I. Título.

CDU: 624.012.3/.4

Universidade Federal de Goiás
Escola de Engenharia Civil
Programa de Pos-Graduação em Geotecnia e Construção Civil

FOLHA DE APROVAÇÃO

"Estudo de tratamentos com lítio no combate da reação álcali-agregado"

Wilson Ferreira Cândido

Dissertação defendida e aprovada pela banca constituída pelos senhores:

Drª.Nicole Pagan Hasparyk (Furnas)

Drª.Helena Carasek Cascudo (UFG)

Dr.Oswaldo Cascudo Matos (UFG)

Drª.Denise Carpena Coitinho Dal Molin (UFRGS)

Goiânia, 11 Setembro 2009

DEDICATÓRIA

Aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus pela conquista de mais uma etapa de sucesso em minha vida.

Aos meus pais Antonio e Marlene e meus irmãos Willian e Wilton pelo incentivo ao longo de toda a minha vida.

Agradeço à minha orientadora Profª. Dra. Nicole Hasparyk, por quem tive o privilégio de ser orientado, pela inestimável contribuição ao longo de toda a pesquisa. Esse trabalho não teria sido possível de ser realizado sem o seu esforço e dedicação. Muito obrigado por tudo!

À minha co-orientadora Profª. Dra. Helena Carasek pelo apoio, incentivo, companheirismo, atenção, sugestões e contribuições ao longo de toda a pesquisa.

Agradeço à engenheira e amiga Cristiane por estar sempre disposta a ajudar em tudo o que for preciso. Obrigado Cris!

Agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil da Universidade Federal de Goiás e todos os seus professores, em especial ao Oswaldo e ao Daniel pelas contribuições ao longo da pesquisa. Aos meus companheiros de jornada Marcelo e Guma, que também fazem parte da inesquecível turma de construção civil 2007 (Wilson, Marcelo, Guma, Matilde, Tatiana e Amália) e à secretária Aparecida pelos votos de confiança.

Ao Centro Tecnológico de Engenharia Civil de FURNAS Centrais Elétricas S.A.; a quem gostaria de agradecer nas pessoas dos engenheiros Rubens Bittencourt e Moacir Andrade, pela viabilização da realização do trabalho experimental. Não posso deixar de agradecer aos engenheiros Ricardo e Alexandre pelas contribuições no planejamento estatístico dos experimentos e também à Ziza pelos momentos de descontração. Aos funcionários e técnicos de FURNAS pela dedicação, seriedade e competência: Elcio, Tizzo, Keldson, Danilo, Léia, Marley, Emerson, Álvaro, André, Cícero e Alício.

Ao Paulo Monteiro, idealizador do projeto ANEEL, por todas as suas contribuições técnicas ao longo da pesquisa, além da doação da solução padrão de lítio

necessário para a realização da análise química. Também não poderia deixar de agradecer ao Paulon que desde o início da pesquisa demonstrou um grande interesse pelo assunto. Agradeço à Nicole e a Helena pelo convite para participar do projeto de P&D de FURNAS, dentro do ciclo 2004/2005 da ANEEL designado: "Identificação de agregados reativos e combate da reação álcali-agregado em barragens". Meu forte abraço a todos os participantes desse projeto.

À MOLD Prémoldados, nas pessoas dos engenheiros Alexandre, Luís Henrique, Stival e Gilberto pelo apoio e colaboração desde o primeiro dia em que entrei nesta empresa.

À Votorantim Cimentos pela doação do cimento utilizado na pesquisa e a Rogertec pela doação da solução à base de lítio.

À UFG e a CAPES pela bolsa de mestrado.

RESUMO

CÂNDIDO, W. F. **Estudo de tratamentos com lítio no combate da reação álcali-agregado**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil, UFG, Goiânia, 2009.

A reação álcali-agregado (RAA) é uma das formas de deterioração do concreto que afeta principalmente as estruturas de usinas hidrelétricas, barragens de concreto e pontes. Nos últimos anos, a eficiência dos compostos à base de lítio em mitigar a RAA tem sido comprovada, tanto na prevenção quanto no reparo de estruturas afetadas. O principal desafio atualmente, no que tange ao tratamento, é a maneira de como garantir uma adequada impregnação do concreto com a solução de lítio. Tendo em vista essa dificuldade, o objetivo da presente pesquisa foi investigar, em laboratório, a eficiência de diversos tipos de tratamento, utilizando um produto à base de nitrato de lítio. Buscou-se com os tratamentos combater ou minimizar as expansões residuais da RAA, mais especificamente da reação álcali-sílica (RAS), já iniciada no concreto e argamassa. O estudo foi divido em duas etapas, sendo a primeira realizada em prismas de concreto, a partir de uma adaptação da NBR15577-6/2008, e a segunda etapa em barras de argamassa, a partir de uma adaptação da NBR 15577-4/2008. Os tratamentos foram realizados após os corpos-de-prova atingirem um determinado nível de expansão definido, a saber: 0,04% para os concretos e 0,18% para as argamassas. No caso dos concretos, os tratamentos realizados foram: impregnação eletroquímica de lítio e saturação superficial com lítio, além de suas situações de referência (impregnação e saturação superficial com água). No caso das argamassas, as situações testadas foram: impregnação a vácuo com lítio, saturação total em lítio, saturação superficial em lítio, imersão em água e envolvimento em filme plástico. Após cada condição de exposição/tratamento, os corpos-de-prova retornaram para o processo de ataque acelerado de expansão visando-se avaliar a eficiência de cada tratamento. Os resultados demonstraram a eficiência do composto à base de lítio em mitigar as expansões residuais, tanto nos concretos como nas argamassas, com comportamento diferenciado dependendo das condições empregadas. O tratamento que teve a melhor eficiência em concreto, nas condições empregadas, foi a saturação superficial de lítio, atingindo uma redução de 90% nos valores das expansões residuais, ao final do ataque (73 dias), tomando-se como referência a condição saturação superficial com água. Já a impregnação eletroquímica de lítio realizada foi capaz de mitigar as expansões residuais, mas apenas até a idade de 42 dias pós-tratamento, onde a redução foi da ordem de 50% nesta idade; aos 73 dias as expansões apresentaram-se semelhantes às da amostra não tratada. Todos os tratamentos com lítio realizados nas argamassas foram capazes de mitigar as expansões residuais em níveis próximos de redução das expansões (da ordem de 87%), sendo a saturação total em lítio a condição mais eficiente.

Palavras-chave: concreto; durabilidade; reação álcali-agregado; tratamento; lítio.

ABSTRACT

CÂNDIDO, W. F. **Study of lithium treatments in mitigating alkali-aggregate reaction**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil, UFG, Goiânia, 2009.

The alkali-aggregate reaction (AAR) is one of the deterioration processes of concrete that most affects the structures of hydroelectric plants, concrete dams and bridges. In recent years, the efficiency of lithium based compounds to mitigate RAA has been proven in both the prevention and repair of the affected structures. With regards to treatment, the main challenge nowadays is how to ensure the adequate impregnation of concrete with the lithium solution. Given this difficulty, the objective of this research is to investigate in laboratory conditions, the efficiency of various types of treatment, using a product based on lithium nitrate. The treatments sought to prevent or minimize the residual expansion of AAR, in particular the alkali-silica reaction (ASR), already under development in the concrete and mortar. The study was divided into two stages, the first one performed in concrete prisms, from an adaptation of the Brazilian standard NBR 15577-6/2008, and the second stage in mortar bars, from an adaptation of NBR 15577-4/2008. The treatments were performed after the specimens reached a predetermined level of defined expansion: 0.04% for the concretes and 0.18% for the mortars. In the case of the concretes, the treatments were electrochemical lithium impregnation and surface saturation with lithium, in addition to their respective reference procedures (impregnation and surface saturation with water). For the mortars, the situations tested were: vacuum impregnation with lithium, total saturation in lithium, surface saturation in lithium, water immersion and wrapping in plastic film. After each exposure/treatment condition, the specimens returned to the accelerated expansion attack process in order to evaluate the effectiveness of each treatment. The results demonstrated the efficiency of the lithium based composite to mitigate the residual expansion, both in the concretes as well as in the mortars, with a different behavior depending on the conditions used. The treatment that had the best efficiency in the concrete, under the applied experimental conditions, was the surface saturation of lithium, achieving a 90% reduction in the residual values of expansions at the end of the attack (73 days), taking as reference the surface saturation condition with water. The lithium electrochemical impregnation performed was able to mitigate the residual expansions, but only up to the age of 42 days after treatment, at which time the reduction was of 50%. In fact, at 73 days the expansions were similar to those of the untreated sample. All treatments with lithium performed in the mortars were able to mitigate the residual expansions at levels approaching reduction of expansion (about 87%), with the total saturation in lithium the most efficient condition.

Keywords: concrete; durability; alkali-aggregate reaction; treatment; lithium.

LISTA DE FIGURAS

Página

Figura 2.1 - Fissuração em forma de "mapa" ocorrido em blocos de fundação de um edifício urbano localizado na região metropolitana de Recife/PE (PECCHIO *et al.*, 2006). 4

Figura 2.2 - Exsudação de gel na superfície do concreto (HASPARYK, 2005). 4

Figura 2.3 - Componentes essenciais para a ocorrência da RAS (COUTO, 2008). 6

Figura 2.4 - Reparo nos blocos de fundação de torres de energia elétrica (FOURNIER *et al.*, 2005). 7

Figura 2.5 - Corte realizado na casa de força da UHE Apolônio Sales: Moxotó-BA (HASPARYK, 2008). 8

Figura 2.6 - Tratamento realizado com selante silano (seção à direita) em uma barreira de proteção de rodovia (THOMAS *et al.*, 2007). 8

Figura 2.7 - Metal lítio (THOMAS *et al.*, 2007). 10

Figura 2.8 - Aplicação superficial da solução de lítio no concreto: (a) com caminhão (b) com *spray* (THOMAS *et al.*, 2007). 15

Figura 2.9 - Relação conceitual entre os danos provocados pela RAS e a resistência à penetração do lítio no concreto (adaptada JOHNSTON *et al.*, 2000). 15

Figura 2.10 - Resultados da penetração dos íons lítio para diferentes níveis de deterioração do concreto (THOMAS; STOKES, 2004). 19

Figura 2.11 - Trajetória de migração dos íons lítio durante o tratamento eletroquímico (WHITMORE; ABBOTT, 2000). 22

Figura 2.12 - Trajetória de migração dos íons cloreto e produção de íons hidroxila (OH^-) ao redor da armadura, durante o tratamento (NORCURE CHLORIDE REMOVAL SYSTEMS, 2001) 22

Figura 2.13 - Célula de migração eletroquímica (LEE; LIU; SU, 2004). 24

Figura 2.14 - Esquema mostrando a impregnação eletroquímica de lítio em corpo-de-prova de 74x50mm (SILVA *et al.*, 2008).....26

Figura 2.15 - Esquema mostrando a impregnação eletroquímica de lítio em corpo-de-prova de 74x160mm (SILVA *et al.*, 2008).....26

Figura 2.16 - Tratamento eletroquímico do tabuleiro da ponte de Seaford, Delaware - EUA (NORCURE CHLORIDE REMOVAL SYSTEMS, 2001).....28

Figura 2.17 - Tratamento eletroquímico realizado no bloco de fundação da ponte de New Jersey (VECTOR CORROSION TECHNOLOGIES, 2007). 29

Figura 2.18 - Ponte sobre o rio Montreal próximo a Latchford, Ontário (FOLLIARD et al., 2006).....29

Figura 2.19 - Impregnação eletroquímica de lítio no pilar da ponte Houston, Texas (Folliard *et al.*, 2008) 30

Figura 2.20 - Profundidade de penetração dos íons lítio no pilar da ponte Houston, Texas (Folliard *et al.*, 2008). 30

Figura 2.21 - Perfil de íons Na e K do pilar da ponte Houston, Texas (Folliard *et al.*, 2008). 31

Figura 2.22 - Etapas do tratamento por impregnação a vácuo de lítio aplicado em barreiras de proteção de rodovia, próximo a Leominster-MA (THOMAS *et al.* 2007).....32

Figura 2.23 - (a) estrutura afetada pela RAS (b) tratamento por impregnação à vácuo de lítio aplicado na barreira de proteção de rodovia (FOLLIARD *et al.*, 2008).....33

Figura 3.1 - Fluxograma do programa experimental. 35

Figura 3.2 - Expansões médias da areia padrão do IPT (a) e da areia artificial (b) combinados com o cimento CP V-ARI.....38

Figura 3.3 - (a) produção do concreto, (b) determinação do abatimento do tronco de cone, (c) determinação da massa específica e (d) determinação do teor de ar. 43

Figura 3.4 - (a) determinação da temperatura do concreto fresco, (b) moldagem dos prismas e (c) detalhe da placa de acrílico utilizada para introduzir os fios de aço inoxidável no concreto fresco. 43

Figura 3.5 - (a) prisma de concreto após a introdução dos 5 fios de aço inoxidável, (b) prismas moldados e (c) leitura de comprimento dos prismas. 44

Figura 3.6 - Condição de estocagem dos prismas ("caixa de reatividade"). 44

Figura 3.7 - Tratamento por impregnação eletroquímica de lítio (a) e impregnação com água (b) nos prismas de concreto. 48

Figura 3.8 - Modelo esquemático do tratamento por impregnação eletroquímica de lítio no prisma de concreto. 49

Figura 3.9 - Etapas da extração do concreto na forma de pó: (a) posicionamento da furadeira, (b) extração do concreto, (c) coleta e posterior limpeza do compartimento onde ficou estocado o pó. 50

Figura 3.10 - Saturação superficial de lítio e água. 51

Figura 3.11 – Equipamentos para a realização do tratamento por impregnação a vácuo com lítio. 52

Figura 3.12 - Introdução da solução de $LiNO_3$ dentro da câmara de vácuo. 53

Figura 3.13 - Saturação total em lítio. 54

Figura 3.14 - Saturação superficial em lítio. 54

Figura 3.15 - Imersão em água deionizada. 55

Figura 3.16 - Barras de argamassa envolvida em filme plástico. 55

Figura 4.1 - Expansões médias dos prismas de concreto antes dos tratamentos. 56

Figura 4.2 - Expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição "impregnação eletroquímica de lítio". 58

Figura 4.3 - Expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição “impregnação com água”. 58

Figura 4.4 – Expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição “saturação superficial de lítio”. 58

Figura 4.5 - Expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição “saturação superficial com água”. 59

Figura 4.6 – Expansões médias ao longo do tempo para cada tipo de condição de exposição/tratamento. 59

Figura 4.7 - Expansões residuais individuais dos prismas da condição “impregnação eletroquímica de lítio”. 60

Figura 4.8 - Expansões residuais individuais dos prismas da condição “impregnação com água”. 61

Figura 4.9 - Expansões residuais médias dos prismas da condição “impregnação eletroquímica de lítio” e “impregnação com água”. 61

Figura 4.10 - Corrosão da tela de aço após o 5º dia de tratamento. 62

Figura 4.11 - Expansões residuais individuais dos prismas da condição “saturação superficial de lítio”. 63

Figura 4.12 - Expansões residuais individuais dos prismas da condição “saturação superficial com água”. 64

Figura 4.13 - Expansões residuais médias dos prismas da condição “saturação superficial de lítio” e “saturação superficial com água”. 64

Figura 4.14 - Expansões residuais médias dos prismas das quatro condições avaliadas. 66

Figura 4.15 - Expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição “ataque em caixa de reatividade - C. R. 2 - 60°C”. 68

Figura 4.16 - Expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição “ataque em caixa de reatividade - C. R. 1 - 60°C”. 68

Figura 4.17 - Expansões médias ao longo do tempo dos prismas da condição “ataque em caixa de reatividade - C. R. 1 - 60°C e C. R. 2 - 60°C”. 69

Figura 4.18 - Expansões médias das barras de argamassa antes dos tratamentos. 70

Figura 4.19 - Expansões médias obtidas antes e depois dos tratamentos para cada tipo de condição de exposição/tratamento. 72

Figura 4.20 – Expansões médias ao longo do tempo para cada tipo de condição de exposição/ tratamento. 72

Figura 4.21 - Expansões residuais médias das barras de argamassa para cada tipo de condição de exposição/tratamento. 73

Figura 4.22 - Percentagem de redução das expansões, em relação à condição referência “envolvimento em filme plástico”, aos 30 dias de idade pós-tratamento. 74

Figura 4.23 - Teores de lítio das amostras de concreto na forma de pó para os dois tipos de tratamento. 79

LISTA DE TABELAS

Página

Tabela 2.1 - Principais minerais de lítio e suas fontes (LUMLEY, 1997). 10

Tabela 2.2 - Resumo de pesquisas encontradas relacionadas à dosagem de compostos à base de lítio na redução da expansão devido a RAS (FENG *et al.*, 2005; FOLLIARD *et al.*, 2006). 12

Tabela 2.3 - Duração do tratamento eletroquímico (THOMAS; STOKES, 2004). 25

Tabela 2.4 - Resultados da migração dos íons lítio para diferentes comprimentos das amostras de concreto (LEE; LIU; SU, 2004, 2008). 25

Tabela 2.5 - Resultados do teor de lítio e do Na_2O_{eq} do concreto para diferentes profundidades e ddp's (SILVA *et al.*, 2008). 26

Tabela 2.6 - Concentrações de lítio durante o tratamento eletroquímico (WHITMORE; ABBOTT, 2000). 27

Tabela 3.1 - Ensaios físicos e análise química do cimento CP V-ARI. 36

Tabela 3.2 - Frações granulométricas do agregado para o ensaio da NBR 15577-4/2008. 37

Tabela 3.3 - Ensaios de caracterização da areia padrão do IPT. 38

Tabela 3.4 - Frações granulométricas dos agregados de acordo com a NBR 15577-6/2008. ..39

Tabela 3.5 - Ensaios de caracterização do agregado graúdo. 39

Tabela 3.6 - Características da solução de $LiNO_3$ fornecidas pelo fabricante. 40

Tabela 3.7 - Composição e características do concreto. 41

Tabela 3.8 - Quantidade de corpos-de-prova de concreto empregados em cada condição de ensaio. 42

Tabela 3.9 - Tratamento estatístico realizados nos prismas de concreto na idade do tratamento. 46

Tabela 3.10 - Tratamento estatístico realizados nas barras de argamassa na idade do tratamento. 47

Tabela 4.1 - Resultados médios de expansão obtidos nos prismas de concreto antes dos tratamentos. 56

Tabela 4.2 - Expansões médias obtidas nos prismas de concreto, aos 115 dias de idade de ataque, para cada tipo de tratamentos/condições de exposição. 59

Tabela 4.3 – Expansões residuais médias obtidas nos prismas de concreto, aos 42 e 73 dias de idade pós-tratamento (impregnação eletroquímica). 61

Tabela 4.4 - Resultados da análise de variância (ANOVA) realizada com os resultados individuais de expansão residual dos tratamentos eletroquímicos aos 73 dias de idade pós-tratamento. 63

Tabela 4.5 - Expansões médias obtidas nos prismas de concreto, aos 42 e 73 dias de idade pós-tratamento (Saturação superficial). 64

Tabela 4.6 - Resultados da análise de variância (ANOVA) realizada com os resultados individuais de expansão residual dos tratamentos por saturação aos 73 dias de idade pós-tratamento. 65

Tabela 4.7 - Resultados da análise de variância (ANOVA) realizada com os resultados individuais de expansão residual das 4 condições de exposição/tratamento avaliadas em concreto aos 73 dias de idade pós-tratamento. 67

Tabela 4.8 - Resultados da análise de variância (ANOVA) realizada com os resultados individuais de expansão das condições C. R. 1 - 60°C e C. R. 2 - 60°C aos 156 dias de idade. 69

Tabela 4.9 - Resultados médios de expansão obtidos nas barras de argamassa antes dos tratamentos. 70

Tabela 4.10 - Expansões residuais médias obtidas nas barras de argamassa aos 30 dias de idade pós-tratamento. 74

Tabela 4.11 - Resultados da análise de variância (ANOVA) realizada com os resultados individuais de expansão residual de todos os tratamentos em argamassa aos 30 dias de idade pós-tratamento. 75

Tabela 4.12 - Concentração de íons Li da solução dos reservatórios dos prismas submetidos ao tratamento por impregnação eletroquímica de lítio. 77

Tabela 4.13 - Concentração de íons Li da solução dos reservatórios dos prismas submetidos ao tratamento por saturação superficial de lítio. 77

Tabela 4.14 - Concentração de íons Fe das amostras coletadas da solução de $LiNO_3$ dos prismas submetidos ao tratamento por impregnação eletroquímica de lítio. 77

Tabela 4.15 - Resultados da análise química das amostras de concreto na forma de pó. 78

Tabela A.1 - Resultados individuais de expansão obtidos nos prismas de concreto antes dos tratamentos. 94

Tabela A.2 - Resultados individuais de expansão obtidos nos prismas de concreto, ao longo da idade de ataque, para cada tipo de tratamento/condição de exposição. 95

Tabela A.3 - Resultados individuais de expansão residual dos prismas de concreto, para cada tipo de tratamento/condição de exposição. 96

Tabela A.4 - Resultados de expansões individuais ao longo do tempo dos prismas da condição "ataque em caixa de reatividade - C. R. 1 - 60°C e C. R. 2 - 60°C". 96

Tabela B.1 - Resultados individuais de expansão da areia padrão do IPT combinada com o cimento CP V-ARI. 98

Tabela B.2 - Resultados individuais de expansão da areia artificial combinada com o cimento CP V-ARI. 98

Tabela B.3 - Resultados individuais de expansão obtidos nas barras de argamassa antes dos tratamentos. 99

Tabela B.4 - Resultados de expansões médias das barras de argamassa obtidas antes e depois dos tratamentos para cada tipo de condição de exposição/tratamento. 99

Tabela B.5 - Resultados de expansões médias das barras de argamassa ao longo do tempo para cada tipo de condição de exposição/ tratamento. 100

Tabela B.6 - Resultados médios de expansões residuais das barras de argamassa para cada tipo de condição de exposição/tratamento. 101

Tabela B.7 - Resultados individuais de expansões residuais das barras de argamassa para a condição imersão em água. 101

Tabela B.8 - Resultados individuais de expansões residuais das barras de argamassa para a condição saturação superficial em lítio. 102

Tabela B.9 - Resultados individuais de expansões residuais das barras de argamassa para a condição saturação total em lítio. 102

Tabela B.10 - Resultados individuais de expansões residuais das barras de argamassa para a condição impregnação a vácuo em lítio. 103

Tabela B.11 - Resultados individuais de expansões residuais das barras de argamassa para a condição envolvimento em filme plástico. 103

Tabela C.1 - Distribuição de Fisher - Valores de F Tabelados (Ftab) para $\alpha = 0,05$ (CASTRO; 2003) 105

LISTA DE ABREVIATURAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas

ANEEL - Agência Nacional de Energia Elétrica

ANOVA - Análise estatística de variância

ASTM - American Society for Testing Materials

atm. - atmosfera

BA - Bahia

B1 - Bloco nº1

B2 - Bloco nº2

B3 - Bloco nº3

B4 - Bloco nº4

CP V-ARI – Cimento de alta resistência inicial

C. R. 1 - 60ºC - Ataque em caixa de reatividade a 60°C (moldado com fio de aço inoxidável)

C. R. 2 - 60ºC - Ataque em caixa de reatividade a 60°C (moldado sem fio de aço inoxidável)

ddp - diferença de potencial elétrico

EEC - Extração Eletroquímica de Cloreto

EUA - Estados Unidos da América

GO - Goiás

IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas

MF - Módulo de Finura

NBR - Norma Brasileira

NBR NM - Norma Mercosul

N.E. - Não Especificado.

P&D - Pesquisa de Desenvolvimento

RAA - Reação Álcali-Agregado

RAC - Reação Álcali-Carbonato

RAS - Reação Álcali-Sílica

RENEW - produto à base de $LiNO_3$

S.S.S - Saturado com Superfície Seca

UFG - Universidade Federal de Goiás

UFRGS - Universidade Federal do Rio Grande do Sul

UHE - Usina Hidrelétrica

U. R - Umidade Relativa

LISTA DE SÍMBOLOS

[Li]/[Na+K] - relação lítio/álcalis

$Na_2O_{eq.}$- equivalente alcalino = $Na_2O + (0,658.K_2O)$

$LiNO_3$ (30%) - solução com 30% de nitrato de lítio diluído em água

°C - graus Celsius

ppm - parte por milhão

OH^- - íon hidroxila

α - teor de argamassa

1:m - proporção cimento: agregados

Sd – desvio Padrão

C.V. - coeficiente de variação

e_{pt} (t) - expansão pós-tratamento, na idade t, em %

e_{t42} - expansão aos 42 dias de idade (antes dos tratamentos), em %

$e_{r,}$(t) - expansão residual, na idade t dias, considerando a primeira leitura pós-tratamento como sendo a leitura de referência ℓ_0

ℓ_0 - leitura de referência

t - tempo

SUMÁRIO

Página

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO 1

1.1 JUSTIFICATIVA 1

1.2 OBJETIVOS 2

1.2.1 Geral 2

1.2.2 Específicos 2

1.3 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO 3

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 4

2.1 GENERALIDADES 4

2.2 QUÍMICA DA RAA 6

2.3 MEDIDAS DE MITIGAÇÃO DA RAS EM ESTRUTURAS DE CONCRETO 7

2.4 EFEITO DE COMPOSTOS À BASE DE LÍTIO NA RAS 9

2.4.1 Panorama geral 9

2.4.2 Características e produção do lítio 9

2.4.3 Estudos de laboratório com compostos à base de lítio para prevenir a RAS 11

2.4.4 Mecanismos de mitigação da reação 14

2.5 TIPOS DE TRATAMENTO COM LÍTIO 14

2.5.1 Tratamento superficial 14

2.5.1.1 Estudos de laboratório 16

2.5.1.2 Aplicações de campo 18

2.5.2 Impregnação eletroquímica 20

2.5.2.1 Estudos de laboratório 24

2.5.2.2 Aplicações de campo 27

2.5.3 Impregnação a vácuo 31

2.5.3.1 Estudos de laboratório 32

2.5.3.2 Aplicações de campo 32

CAPÍTULO 3 - PROGRAMA EXPERIMENTAL 34

3.1 ASPECTOS GERAIS 34

3.2 MATERIAIS 36

3.2.1 Cimento 36

3.2.2 Agregados Miúdos 37

3.2.3 Agregado Graúdo 39

3.2.4 Água 39

3.2.5 Solução de $LiNO_3$ 39

3.3 MÉTODOS 40

3.3.1 Método acelerado em prismas de concreto 40

3.3.2 Método acelerado em barras de argamassa 45

3.3.3 Análises químicas 45

3.3.4 Planejamento estatístico dos experimentos 45

3.3.4.1 Prismas de concreto 46

3.3.4.2 Barras de argamassa 46

3.3.5 Condições de exposição/tratamento 47

3.3.5.1 Prismas de concreto 47

3.3.5.2 Barras de argamassa 51

CAPÍTULO 4 - APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS 56

4.1 PRISMAS DE CONCRETO 56

4.1.1 Comportamento expansivo do concreto ao longo do tempo 57

4.1.2 Expansões residuais pós-tratamento 60

4.1.2.1 Impregnação eletroquímica de lítio/Impregnação com água 60

4.1.2.2 Saturação superficial de lítio/Saturação superficial com água 63

4.1.3 Estudo comparativo das expansões entre os prismas com e sem fio 67

4.2 BARRAS DE ARGAMASSA 70

4.2.1 Comportamento expansivo das barras de argamassa ao longo do tempo 71

4.2.2 Expansões residuais pós-tratamento 73

4.3 ANÁLISES QUÍMICAS 76

4.3.1 Solução de $LiNO_3$ 76

4.3.1.1 Determinação da concentração de íons lítio 76

4.3.1.2 Determinação da concentração de íons ferro 77

4.3.2 Concreto na forma de pó 78

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS 81

5.1 PRISMAS DE CONCRETO 81

5.2 BARRAS DE ARGAMASSA 82

5.3 ANÁLISES QUÍMICAS 82

5.4 CONCLUSÃO FINAL 83

5.5 SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS 83

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....85

APÊNDICE A - RESULTADOS DE EXPANSÃO DOS PRISMAS DE CONCRETO...93

APÊNDICE B - RESULTADOS DE EXPANSÃO DAS BARRAS DE ARGAMASSA ..97

APÊNDICE C - TABELA DE DISTRIBUIÇÃO F 104

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

A grande aceitação do concreto como material de construção adveio de inúmeras qualidades deste material como, por exemplo, a facilidade de execução dos elementos estruturais em diversas formas e tamanhos e também da grande disponibilidade dos materiais no canteiro de obra a um custo relativamente mais baixo. Além disso, o concreto possui uma excelente resistência à água, comparado a outros materiais como o aço e a madeira.

Entretanto, o concreto pode estar sujeito a diversos fatores, de acordo com o ambiente em que está inserido (intempéries, ataques químicos, abrasão, entre outros), que podem provocar a sua deterioração. A reação álcali agregado (RAA) é uma dessas formas de deterioração que, pelo histórico de casos, afeta principalmente as estruturas de concreto de usinas hidrelétricas, barragens de concreto e pontes; entretanto, atualmente no Brasil, tem sido diagnosticada, também, em fundações de edificações. Os principais efeitos deletérios dessa reação são: expansão, grande incidência de fissuração, influência negativa nas propriedades do concreto, desplacamentos do concreto, perda de estanqueidade, movimentação de juntas e da estrutura, travamento e/ou deslocamento de peças móveis em barragens, entre outros.

1.1 JUSTIFICATIVA

A RAA foi descoberta há aproximadamente 70 anos e até hoje não se dispõe de métodos totalmente eficientes para combater o fenômeno, uma vez iniciado no concreto. Dessa forma, a melhor alternativa é atuar na prevenção da reação, como o uso de agregado não reativo, ou de cimentos e adições pozolânicas apropriados, devendo estes ser comprovados previamente como mitigadores do fenômeno expansivo quando da presença de agregados reativos, em associação com concreto com baixo teor de álcalis, considerando-se também uma análise de risco da estrutura conforme preconizado na NBR 15577/2008. No entanto, muitas vezes, pela limitação de conhecimento aprofundado do assunto na época da construção, muitas estruturas mais antigas foram construídas sem os devidos cuidados e hoje apresentam os efeitos deletérios da RAA, precisando ser tratadas e recuperadas.

Os métodos de mitigação da RAA, e mais especificamente da reação álcali-sílica (RAS), em estruturas de concreto, podem ser divididos em duas categorias, a saber: mitigação dos sintomas da reação e tratamento da causa da reação, segundo Stark *et al.* (1993) e Thomas *et al.* (2007). Os métodos de mitigação dos sintomas da reação são os reforços estruturais e os cortes na estrutura, com o objetivo de impedir e liberar as deformações, respectivamente. O tratamento da causa da reação compreende atualmente dois métodos: o controle do acesso da umidade nas estruturas e o tratamento com compostos à base de lítio, podendo ser também outro tipo de composto.

Nos últimos anos, a eficiência dos compostos à base de lítio em mitigar a RAA tem sido comprovada, tanto na prevenção (utilizado como aditivo químico na dosagem do concreto) quanto no reparo de estruturas afetadas. O principal desafio atualmente, no que tange ao tratamento de estruturas com compostos à base de lítio, focando o tratamento da causa da reação, é a maneira de como garantir uma adequada introdução dessa solução no concreto. Tendo em vista essa dificuldade de reparo, a pouca eficiência dos métodos disponíveis e a carência de estudos nesta área, a presente pesquisa é proposta. Essa pesquisa faz parte do projeto de P&D de FURNAS, dentro do ciclo 2004/2005 da ANEEL designado: "Identificação de agregados reativos e combate da reação álcali-agregado em barragens", desenvolvido em parceria com a Universidade Federal de Goiás, no âmbito do Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil (PPG-GECON).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Geral

O objetivo da pesquisa é investigar, em laboratório, a eficiência de diversos tipos de tratamento, utilizando produto à base de $LiNO_3$ (nitrato de lítio), na tentativa de combater ou minimizar as expansões da RAA, mais especificamente a reação álcali-sílica (RAS), uma vez iniciada no concreto e na argamassa.

1.2.2 Específicos

Os objetivos específicos são:

a) Avaliar a eficiência na redução das expansões dos tratamentos por saturação superficial de lítio e impregnação eletroquímica de lítio em prismas de concreto;
b) Avaliar a eficiência dos tratamentos por saturação superficial de lítio, saturação total em lítio e impregnação a vácuo de lítio em barras de argamassa na redução das expansões;
c) Avaliar a concentração de íons lítio da solução durante o tratamento em prismas de concreto por impregnação eletroquímica de lítio e saturação superficial de lítio;
d) Avaliar a profundidade e a concentração dos íons lítio no interior dos concretos, após os tratamentos por impregnação eletroquímica de lítio e saturação superficial de lítio.

1.3 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

Esta dissertação está dividida em 5 capítulos, dispostos da seguinte maneira:

Neste primeiro capítulo, encontra-se abordada a introdução, a justificativa do tema estudado, os objetivos e a estrutura da dissertação.

No capítulo 2 está apresentada a revisão da literatura, descrevendo os aspectos gerais da RAA e a química da reação. São apresentadas também as medidas de mitigação da RAS em estruturas de concreto, o efeito de compostos à base de lítio na RAS e os tipos de tratamento com lítio existente.

O terceiro capítulo detalha o programa experimental, sendo subdividido em caracterização dos materiais, métodos e planejamento estatístico dos experimentos, além dos tipos de condições de exposição/tratamentos com produto à base de lítio empregado nos concretos e argamassas.

No capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios e análises estatísticas.

Por fim, o capítulo 5 traz as conclusões da pesquisa assim como sugestões para futuros trabalhos relacionados com o tema.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 GENERALIDADES

A RAA pode ser definida como uma reação química que ocorre internamente no concreto devido à presença de hidróxidos alcalinos, normalmente provenientes do cimento, e alguns minerais reativos presentes no agregado. O produto dessa reação é um gel sílico-alcalino que em contato com umidade é capaz de expandir. As principais manifestações patológicas provocadas pela RAA são: fissuras em forma de "mapa" (Figura 2.1), exsudação de gel na superfície do concreto (Figura 2.2) e bordas em torno dos agregados.

Figura 2.1 - Fissuração em forma de "mapa" ocorrido em blocos de fundação de um edifício urbano localizado na região metropolitana de Recife/PE (PECCHIO *et al.*, 2006).

Figura 2.2 - Exsudação de gel na superfície do concreto (HASPARYK, 2005).

Os primeiros casos relatados da RAA foram constatados, em 1940, por Stanton em várias estruturas de concreto da Califórnia (EUA) que apresentavam elevados níveis de fissuras e expansões. Desde então o meio técnico-científico tem se preocupado cada vez mais com a prevenção da reação e as formas de recuperar as estruturas afetadas.

Segundo a NBR 15577-1/2008) a RAA pode ser classificada de acordo com o tipo e a mineralogia do agregado reativo envolvido em:

a) **reação álcali-sílica (RAS):** é um tipo de RAA em que participam a sílica reativa dos agregados e os álcalis, na presença do hidróxido de cálcio originado pela hidratação do cimento, formando um gel

expansivo. Constituem exemplos de sílica reativa: opala, tridimita, cristobalita, vidro vulcânico, entre outros;

b) **reação álcali-silicato:** é um tipo específico de RAS em que participam os álcalis e alguns tipos de silicatos presentes em certas rochas. Os silicatos reativos mais comuns são o quartzo tensionado por processos tectônicos e os minerais da classe dos filossilicatos presentes em ardósias, filitos, xistos, gnaisses, granulitos, quartzitos, entre outros;
c) **reação álcali-carbonato (RAC):** é um tipo de RAA em que participam os álcalis e agregados rochosos carbonáticos. A forma mais conhecida de deterioração do concreto é devida à desdolomitização da rocha e conseqüente enfraquecimento da ligação pasta-agregado. Não há a formação de gel expansivo, mas de compostos cristalizados como a brucita, carbonatos alcalinos, carbonato cálcico e silicato magnesiano.

Os principais efeitos deletérios provocados pela RAA (HASPARYK, 2005) são:

a) fissuras na superfície do concreto e entre camadas de concretagem;
b) desplacamentos na superfície do concreto;
c) perda de estanqueidade;
d) descolamento (perda de aderência) da argamassa junto à superfície dos agregados;
e) movimentação (abertura ou deslocamento relativo) de juntas de contração;
f) abertura de juntas de construção, com fissuras horizontais;
g) movimentação/desalinhamento das superfícies livres (ex: alteamento da crista da barragem e soleiras de vertedouros, deflexões para montante nas estruturas de barragens);
h) travamento ou deslocamento de equipamentos e peças móveis (por exemplo: comportas, turbinas, eixos, pistões, etc.).

As medidas utilizadas para prevenir a RAS consistem em: (1) utilizar agregados não reativos, entretanto pode-se não ter disponível outra jazida próxima a obra, (2) limitar o teor de álcalis (equivalente alcalino[1]) do concreto, (3) uso de adições minerais pozolanicas e (4) uso de compostos à base de lítio (HASPARYK, 2005; FOLLIARD *et al.*, 2006; THOMAS *et al.*, 2007, HASPARYK *et al.*, 2008).

Os métodos de laboratório mais comumente utilizados para investigar a potencialidade reativa dos agregados, do ponto de vista da RAS, e atuar na prevenção são: análise petrográfica (NBR 15577-3 e ASTM C 295), método acelerado das barras de argamassa (NBR 15577-4, NBR 15577-5, ASTM C 1260 e ASTM C 1567) e método dos prismas de concreto (NBR 15577-6 e ASTM C 1293).

[1] Equivalente alcalino ($Na_2O_{eq.}$) = Na_2O + (0,658.K_2O).

2.2 QUÍMICA DA RAA

Para a ocorrência da RAS deletéria são necessários três componentes essenciais: sílica reativa (presente nos minerais dos agregados), álcalis Na e K (presentes no cimento) e umidade (Figura 2.3). A ausência de um desses componentes impossibilita o início e a continuidade da reação e deterioração.

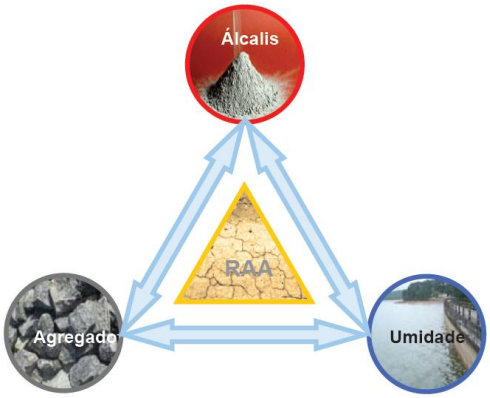

Figura 2.3 - Componentes essenciais para a ocorrência da RAS (COUTO, 2008).

Segundo Glasser e Kataoka (1981) e Glasser (1992) a química da RAS ocorre em dois estágios. No primeiro, os íons hidroxilas (OH^-), dissolvidos na solução dos poros do concreto, atacam o grupo silanol (Si-OH), presente na superfície da sílica, liberando H_2O (Equação 2.1). Em seguida, as cargas negativas criadas pelo rompimento das ligações são balanceadas pelos íons alcalinos (Na^+e K^+) presentes no sistema, formando um gel sílico-alcalino, conforme a Equação 2.2.

$$Si\text{-}OH + OH^- \rightarrow Si\text{-}O^- + H_2O \qquad 2.1$$

$$Si\text{-}O^- + Na^+ \rightarrow Si\text{-}ONa$$
$$Si\text{-}O^- + K^+ \rightarrow Si\text{-}OK \qquad 2.2$$

No segundo estágio da reação, os íons OH^- em excesso passam a atacar as ligações mais internas da sílica (grupo siloxano: Si-O-Si) levando à desintegração da estrutura da sílica. O resultado dessa reação são pares de SiO^- (Equação 2.3) que permitem a adsorção de água e íons alcalinos. A RAA deletéria só ocorre quando o gel sílico-alcalino absorve umidade e expande, provocando fissuras no concreto.

$$Si\text{-}O\text{-}Si + 2OH^- \rightarrow Si\text{-}O^- + {}^-O\text{-}Si + H_2O \quad (2.3)$$

2.3 MEDIDAS DE MITIGAÇÃO DA RAS EM ESTRUTURAS DE CONCRETO

Segundo Stark *et al.* (1993) e Thomas *et al.* (2007), os métodos de mitigação da RAS em estruturas de concreto podem ser divididos em duas categorias:

a) mitigação dos sintomas da reação;
b) tratamento da causa da reação.

Os métodos de mitigação dos sintomas da reação são os reforços estruturais e os cortes na estrutura, com o objetivo de impedir e liberar as deformações, respectivamente. Os reforços estruturais são realizados através do encapsulamento do elemento estrutural afetado por um concreto não-reativo, que também pode ser protendido. Os cortes na estrutura são realizados principalmente em barragens (STARK *et al.*, 1993; FOURNIER *et al.*, 2005; HASPARYK, 2005; THOMAS *et al.*, 2007).

As Figuras 2.4-a e 2.4-b mostram um exemplo de reforço estrutural, tipo encapsulamento, realizado em blocos de fundação de torres de energia elétrica (FOURNIER *et al.*, 2005). A Figura 2.5 mostra um corte realizado na casa de força da UHE Apolônio Sales (Moxotó-BA), onde é necessário refazê-lo a cada 1 ou 2 anos com base no monitoramento da reação (HASPARYK, 2008).

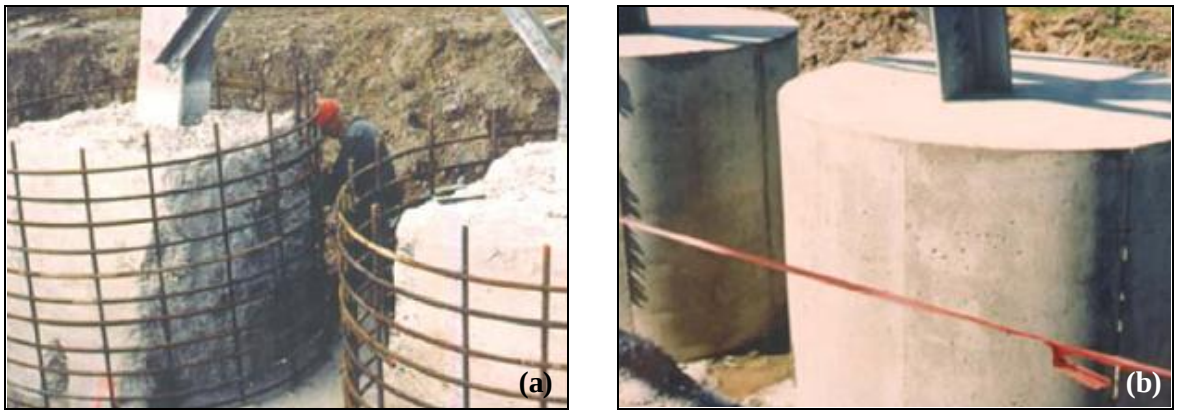

Figura 2.4 - Reparo nos blocos de fundação de torres de energia elétrica (FOURNIER *et al.*, 2005).

Figura 2.5 - Corte realizado na casa de força da UHE Apolônio Sales: Moxotó-BA (HASPARYK, 2008).

O tratamento da causa da reação compreende dois métodos: o controle do acesso da umidade nas estruturas e o tratamento com compostos à base de lítio. O controle da umidade é realizado mediante a melhoria no sistema de drenagem da estrutura, injeção de graute nas fissuras e aplicação de revestimentos impermeáveis, como membranas e selantes. Os tratamentos com compostos à base de lítio serão abordados individualmente no item 2.5 deste capítulo e compreendem o tratamento superficial, a impregnação eletroquímica e a impregnação a vácuo (STARK *et al.*, 1993; SARKAR *et al.*, 2004; FOURNIER *et al.*, 2005; HASPARYK, 2005; FOLLIARD *et al.*, 2006; THOMAS *et al.*, 2007).

Na Figura 2.6 está apresentada uma seção de barreira de proteção de rodovia tratada com selante silano e uma seção não tratada (referência). O silano aplicado na superfície do concreto torna-o hidrofóbico, impedindo a penetração de água no concreto e, conseqüentemente, expansões e deteriorações futuras (FOURNIER *et al.*, 2005; THOMAS *et al.*, 2007).

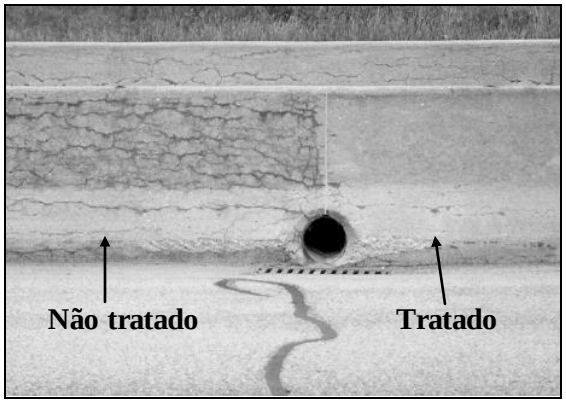

Figura 2.6 - Tratamento realizado com selante silano (seção à direita) em uma barreira de proteção de rodovia (THOMAS *et al.*, 2007).

2.4 EFEITO DE COMPOSTOS À BASE DE LÍTIO NA RAS

2.4.1 Panorama geral

De acordo com vários pesquisadores sobre o assunto, os primeiros estudos realizados com compostos à base de lítio, para controlar as expansões devido a RAS, foram realizados por McCoy e Caldwell, em 1951 por esses autores. Mais de 100 diferentes compostos foram estudados, entre eles: sais metálicos, ácidos, óleos, produtos químicos orgânicos, proteínas e diversos aditivos. Os pesquisadores concluíram que os compostos mais promissores no controle da expansão foram os compostos à base de lítio.

Após McCoy e Caldwell publicarem os resultados do seu estudo, em 1951, poucas pesquisas foram realizadas durante quarenta anos. Nos últimos 20 anos, no entanto, tem ressurgido o interesse pelo assunto, como se pode observar no aumento expressivo das publicações científicas (LUMLEY, 1997; STOKES *et al.*, 2000; BARBORAK, 2004; HASPARYK, 2005; FOLLIARD *et al.*, 2006; HASPARYK *et al.*, 2006; THOMAS *et al.*, 2007).

2.4.2 Características e produção do lítio

O lítio (do grego *lithos*, pedra) é um metal alcalino encontrado no grupo (ou família) 1 (ou 1A) da tabela periódica junto com os elementos Sódio (Na), Potássio (K), Rubídio (Rb), Césio (Cs) e Frâncio (Fr). É um elemento químico de símbolo "Li", número atômico 3, densidade igual a 0,53g/cm³ e massa atômica 6,941u, contendo na sua estrutura 3 prótons e 3 elétrons.

Devido à presença de apenas um elétron na camada de valência, o lítio é um metal que não ocorre livremente na natureza, sendo encontrado principalmente em minerais de rochas pegmatita[2] e dissolvidos em sais de cloreto de lítio (LiCl), em lagoas de salmoura[3]. Os principais minerais dos quais o lítio é extraído são espodumena, petalite, ambligonite, lepidolite e eucriptite. A Tabela 2.1 apresenta os minerais, sua composição química e a localização dos depósitos (LUMLEY, 1997).

[2] Um tipo de rocha ígnea.
[3] Grandes depósitos de LiCl, de onde o lítio é extraído.

Tabela 2.1 - Principais minerais de lítio e suas fontes (LUMLEY, 1997).

Mineral	**Fórmula**	**Localização dos depósitos**
Espodumena	$Li_2O.Al_2O_3.4SiO_2$	Austrália, Brasil, Canadá, China, Rússia e Estados Unidos.
Petalite	$Li_2O.Al_2O_3.8SiO_2$	Austrália, Brasil, Namíbia, Rússia, Suécia, Zimbábue.
Ambligonite	$LiAl(PO_4)(F,OH)$	Brasil, Canadá, Moçambique, Namíbia, Ruanda, África do Sul, Suriname e Zimbábue.
Lepidolite	$K_2(Li,Al)_{5-6}\{Si_{6-7}Al_{2-1})_{20}\}\ (OH,F)_4$	Brasil, Canadá, Namíbia e Zimbábue.
Eucriptite	$Li_2O.Al_2O_3.2SiO_2$	Zimbábue.

A espodumena é o mineral que possui maior abundancia de lítio. O processo de extração é realizado em um forno rotativo a uma temperatura de aproximadamente 1000 °C com ácido sulfúrico (H_2SO_4), cujo produto final é o carbonato de lítio (Li_2CO_3) (LUMLEY, 1997; THOMAS *et al.*, 2007).

Outra forma mais barata de extração do lítio é através de lagoas de salmoura, onde a evaporação solar é utilizada para precipitar os sais de lítio, que são processados quimicamente para separar o lítio (Li_2CO_3) dos outros componentes. Atualmente esse processo tem sido o mais empregado (FOLLIARD *et al.*, 2006; THOMAS *et al.*, 2007).

O lítio na sua forma pura é um metal macio, de coloração branco-prateada, que se oxida rapidamente no ar ou na água (Figura 2.7). Sua principal utilização é na produção de vidros, cerâmicas, lubrificantes, baterias e produtos farmacêuticos. Na indústria da construção civil o lítio é utilizado na formulação de aditivos para concreto, como aceleradores de pega, e no tratamento da RAS (LUMLEY, 1997, THOMAS *et al.*, 2007).

Figura 2.7 - Metal lítio (THOMAS *et al.*, 2007).

Segundo Lumley (1997) e a FMC Corporation (fabricante do produto denominado RENEW à base de $LiNO_3$), os cuidados com os compostos à base de lítio são os mesmos para qualquer outro produto químico, onde se deve evitar a ingestão, inalação e o contato com os olhos e a pele.

2.4.3 Estudos de laboratório com compostos à base de lítio para prevenir a RAS

Nos estudos realizados por McCoy e Caldwell, foram moldadas barras de argamassa, de acordo com a ASTM C 227, com agregado reativo de vidro pirex e um equivalente alcalino ($Na_2O_{eq.}$) igual a 1,15%. Os diferentes compostos de lítio escolhidos (LiCl, Li_2CO_3, LiF, Li_2SiO_3, $LiNO_3$ e Li_2SO_4) foram adicionados durante a dosagem das argamassas, em diferentes porcentagens em relação à massa de cimento. Os resultados mostraram que todos os compostos à base de lítio estudados foram capazes de reduzir as expansões, sendo a relação molar[4] mínima de [Li]/[Na+K] igual a 0,74 a necessária para reduzir as expansões com maior eficiência.

Posteriormente, Lawrence e Vivian (1961 *apud* FENG *et al.*, 2005) estudaram o uso do LiOH como inibidor das expansões, através da ASTM C 227. Seus estudos confirmaram a eficiência do LiOH na prevenção das expansões, quando adicionados nos teores de 0,5%, 1,0% ou 1,5% em relação à massa de cimento.

Apesar dos estudos iniciais com os compostos à base de lítio apresentarem resultados promissores, passou-se aproximadamente 30 anos, após a publicação de Lawrence e Vivian, sem nenhuma publicação científica sobre o assunto. O interesse pelo assunto ressurgiu a partir de 1989, quando Sakaguchi *et al.* (1989) pesquisaram o $LiOH.H_2O$, $LiNO_2$ e Li_2CO_3 utilizando como agregados reativos o vidro pirex e a areia de piroxênio andesito, segundo a ASTM C 227. Todos os compostos à base de lítio foram eficientes na redução das expansões. Os resultados mostraram, também, que o efeito do lítio varia em função da relação molar [Li]/[Na+K], ou seja, quanto maior a relação molar, menor serão as expansões. Para os ensaios realizados utilizando o $LiOH.H_2O$, a relação molar igual a 0,9 foi suficiente para inibir completamente as expansões.

[4] No caso dos compostos à base de lítio, a maneira mais usual de se expressar a quantidade de lítio, em relação aos álcalis da argamassa ou do concreto, é através da relação molar [Li]/[Na+K].

Feng *et al.* (2005) e Folliard *et al.* (2006) fizeram uma vasta revisão bibliográfica sobre o assunto. A Tabela 2.2 apresenta um resumo de algumas pesquisas encontradas pelos autores, bem como os tipos de compostos estudados e a relação molar mínima [Li]/[Na+K] necessária para combater com eficiência a RAS.

Tabela 2.2 - Resumo de pesquisas encontradas relacionadas à dosagem de compostos à base de lítio na redução da expansão devido a RAS (FENG *et al.*, 2005; FOLLIARD *et al.*, 2006).

Autor	**Método de ensaio**	**Agregado reativo**	**Composto**	**Relação molar mínima [Li]/[Na+K]**
McCoy e Caldwell (1951)	ASTM C 227	Vidro pirex	LiCl, Li_2CO_3, LiF, Li_2SiO_3, $LiNO_3$, Li_2SO_4	0,74
Lawrence e Vivian (1961)	ASTM C 227	Opala	LiOH	---
Sakaguchi *et al.* (1989)	ASTM C 227	Vidro pirex e areia de piroxênio andesito	$LiOH.H_2O$, $LiNO_2$, Li_2CO_3	0,90
Ohama *et al.* (1989)	Autoclave	Sílica amorfa opalina	$LiOH.H_2O$, LiF, Li_2CO_3	0.5% (da massa de cimento) para LiF e 0.7% para $LiOH.H_2O$
Diamond e Ong (1992)	ASTM C 227	Cristobalita, opala	LiOH	1,2
Stark (1992); Stark *et al.* (1993)	ASTM C 227 ASTM C 1260	Riolito, granito-gnaisse	$LiOH.H_2O$, LiF, Li_2CO_3	0,6 (LiF); 0,92 (Li_2CO_3); 0,75-1,00 (LiOH)
Qinghan, et al. (1995)	Autoclave	Andesito	$LiNO_2$	0.8 (somente para argamassa com alto teor de álcalis)
Bian *et al.* (1995)	Autoclave	Andesito	LiF, LiCl, LiBr, $LiNO_3$, LiOH	0,8
Lumley (1997)	ASTM C 1293	Cristobalita	$LiOH.H_2O$, LiF, Li_2CO_3	0.62
Thomas *et al.* (2000)	ASTM C 1293	Agregados do Reino Unido	LiOH, $LiNO_3$	0,70 ($LiNO_3$) 0,85 (LiOH)
Durand (2000)	ASTM C 1293	Agregados do Canadá (Sudbury - arenito, quartzo; Potsdam - arenito; Sherbrooke - xisto)	$LiOH.H_2O$, LiF, Li_2CO_3, $LiNO_3$	0.72 (para $LiNO_3$ com Sudbury) e 0.82 para os demais compostos com Sudbury
Lane (2000) Lane (2002)	ASTM C 1260 ASTM C 1293	Vidro pirex e quartzo	$LiOH.H_2O$, $LiNO_3$	0,93 para $LiNO_3$
Kawamura *et al.* (2003)	ASTM C 227	Rocha calcinada	LiOH, Li_2CO_3	0.75 M
Berra *et al.* (2003)	ASTM C 1293	Agregado silicoso	$LiNO_3$, Li_2CO_3	---
Mo *et al.* (2003)	Autoclave	Quartzo microcristalino	Li_2SO_4, Li_2CO_3, Li_2HPO_4, $LiOH.H_2O$	$\geq 0,3$ para $Na_2O_{eq.} \leq 2,5\%$ $\geq 0,6$ para $Na_2O_{eq.} = 3\%$
Collins *et al.* (2004)	ASTM C 227	Vidro borossilicato	LiOH, $LiNO_3$, LiCl	0,6 (LiOH); 0,8 ($LiNO_3$); 0,9 (LiCl)
Fournier *et al.* (2004)	ASTM C 1293	Riolito (A) Grauvaca (B) Calcário silicoso (C)	LiOH (A e B), $LiNO_3$ (A e C)	LiOH: 1,11 (A) e 1,0 (B) $LiNO_3$: 0,74 (A) e 0,93 (C)

Após essa revisão bibliográfica, Feng *et al.* (2005) e Folliard *et al.* (2006) identificaram 11 tipos de compostos à base de lítio estudados (LiF, LiCl, LiBr, LiOH, $LiOH.H_2O$, $LiNO_3$, $LiNO_2$, Li_2CO_3, Li_2SO_4, Li_2HPO_4 e Li_2SiO_3). As principais conclusões dos autores estão transcritas abaixo:

a) todos os compostos à base de lítio foram capazes de reduzir as expansões, desde que usados em dosagens adequadas;
b) a eficiência do lítio em minimizar as expansões devido a RAS depende principalmente da natureza ou da reatividade do agregado, do tipo de composto, da relação molar [Li]/[Na+K] e da quantidade de álcalis presente no sistema;
c) para a maioria dos compostos estudados, a relação molar [Li]/[Na+K] mínima para inibir as expansões está compreendida entre 0,67 e 1,20. No caso específico do $LiNO_3$ a relação molar fica entre 0,72 e 0,93[5];
d) o LiOH e o $LiNO_3$ são mais eficientes na prevenção da expansão em agregados de alta reatividade do que em agregados de baixa reatividade;
e) dentre os compostos à base de lítio, o $LiNO_3$ é o mais eficiente em reduzir as expansões, pois não aumenta a concentração de íons hidroxila (OH^-) na solução dos poros;
f) a ASTM C 1293 é o método recomendado para avaliar a eficiência dos compostos à base de lítio, uma vez que possui fortes correlações com o desempenho do concreto em campo, comparado aos outros métodos de ensaio atualmente em uso.

Tremblay *et al.* (2007) realizaram um estudo bastante amplo com os agregados do Canadá, onde foram avaliados um total de 87 dosagens de concreto com 12 tipos de agregados, diversas dosagens de $LiNO_3$ e também o emprego de adições pozolânicas. Os prismas de concreto foram testados a 38ºC, de acordo com a norma ASTM C 1293, e também a 60ºC (método acelerado). Os autores concluíram que a relação molar [Li]/[Na+K] de 0,74 é recomendada para 6 tipos de agregado, quando se procura obter resultados de expansão inferiores a 0,04% aos 2 anos de idade (38ºC). Três agregados requereram uma relação molar [Li]/[Na+K] entre 0,74 e 1,11 e os outros 3 agregados restantes, a relação molar [Li]/[Na+K] igual a 1,11 não foi eficiente. Os resultados de resistência à compressão aos 28 dias de idade não foram alterados com a presença do $LiNO_3$ na dosagem.

[5] Para obter um concreto com relação molar [Li]/[Na+K] = 0,74 é necessário adicionar 4,6 litros de solução de $LiNO_3$ (30%) para cada kg de $Na_2O_{eq.}$

No Brasil, Silva (2007) estudou a influência da adição de diversas dosagens de $LiNO_3$ nas expansões e na resistência de argamassas. Para isso, o autor utilizou o método da ASTM C 1260, várias dosagens de lítio sem surfactante, dois agregados reativos (basalto e seixo) e uma adição mineral de cinza volante. Os resultados indicaram a necessidade de uma adição de $LiNO_3$ com relação molar [Li]/[Na+K] de 7,00 para reduzir a expansão ao valor aceitável pela norma de 0,10% aos 16 dias. Os ensaios de resistência à compressão mostraram que o $LiNO_3$ não afeta consideravelmente esta propriedade.

2.4.4 Mecanismos de mitigação da reação

Segundo Feng *et al.* (2005) e Folliard *et al.* (2006), atualmente existem diversos mecanismos propostos para explicar o efeito inibidor dos compostos à base de lítio, entretanto esses mecanismos ainda não são claramente entendidos. Sem a compreensão do mecanismo de controle da reação, pode ser difícil prever a eficiência de um determinado produto químico, bem como, especificar a sua dosagem ideal e prever a duração do controle da expansão. Os principais mecanismos propostos pelas bibliografias são:

a) o lítio tem a capacidade de alterar a composição dos produtos da RAS, resultando em produtos menos expansivos;
b) o lítio reduz a dissolução da sílica;
c) o lítio diminui a repolimerização de sílica e silicatos;
d) o lítio reduz as forças repulsivas entre as partículas coloidais do gel da RAS.

A explicação completa dos mecanismos citados acima pode ser encontrada nos trabalhos de Feng *et al.* (2005), Folliard *et al.* (2006), Schneider *et al.* (2008) e Tremblay *et al.* (2008).

2.5 TIPOS DE TRATAMENTO COM LÍTIO

2.5.1 Tratamento superficial

O tratamento superficial com compostos à base de lítio é o método de campo mais comum empregado para tratar pavimentos de concreto, tabuleiros de pontes, barreiras de

proteção de rodovia e elementos estruturais específicos afetados pela RAS (FOURNIER *et al.*, 2005; THOMAS *et al.*, 2007).

O tratamento consiste na aplicação da solução de lítio diretamente na superfície do concreto afetado, podendo ser considerada também uma forma de saturação. A aplicação pode ser feita por meio de caminhões ou manualmente por *spray*, como se pode ver nas Figuras 2.8-a e 2.8-b, respectivamente.

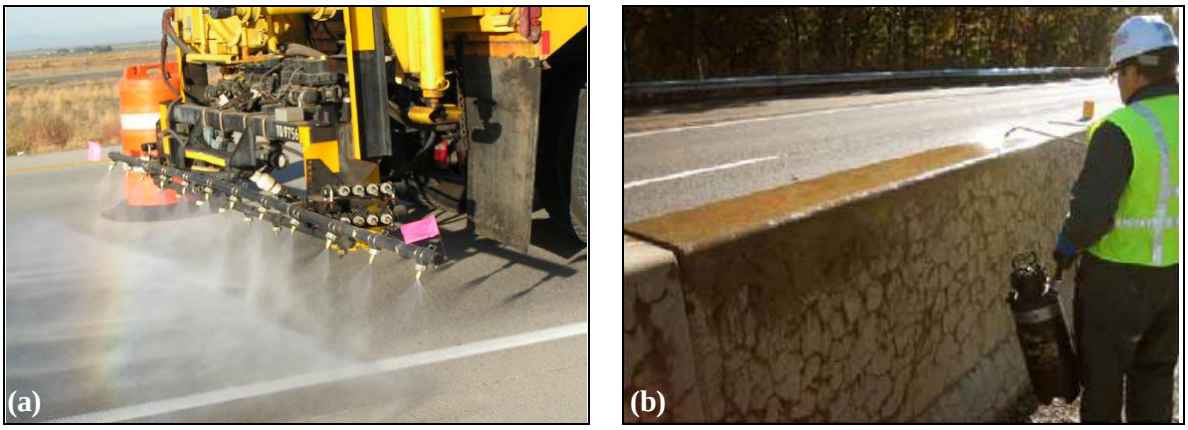

Figura 2.8 - Aplicação superficial da solução de lítio no concreto: (a) com caminhão (b) com *spray* (THOMAS *et al.*, 2007).

Segundo Johnston *et al.* (2000), a eficiência do tratamento depende do nível de deterioração do concreto e do tempo quando a solução é aplicada. A Figura 2.9 mostra que a resistência à penetração no concreto, pela solução de lítio, diminui com o aumento da deterioração devido a RAS. O melhor momento para tratar a estrutura é quando existe um nível suficiente de deterioração, para ajudar a penetração da solução de lítio, mas que os danos não tenham avançado ao ponto de comprometer a sua integridade estrutural, sendo que neste caso o tratamento seria ineficiente.

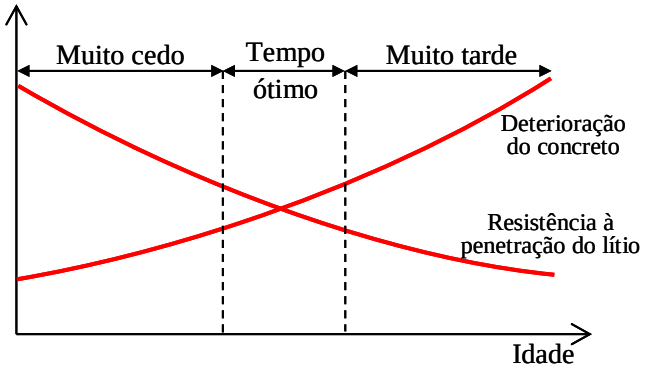

Figura 2.9 - Relação conceitual entre os danos provocados pela RAS e a resistência à penetração do lítio no concreto (adaptada JOHNSTON *et al.*, 2000).

Folliard *et al.* (2006) comentam que o sucesso do tratamento superficial, em pavimentos de concreto e tabuleiros de pontes, é influenciado por diversos fatores, como:

a) tipo de composto à base de lítio usado;
b) taxa de aplicação do composto;
c) número de tratamentos;
d) temperatura e umidade do concreto no momento do tratamento;
e) qualidade do concreto;
f) espessura do elemento a ser tratado;
g) nível de deterioração do concreto no momento do tratamento;
h) presença de outros processos de deterioração.

Dentre os compostos à base de lítio, comercialmente vendidos no mercado, destacam-se o $LiNO_3$ (RENEW) e o LiOH como sendo os produtos mais utilizados e eficientes, tanto na prevenção da RAS (utilizado como aditivo incorporado ao concreto fresco) quanto no tratamento. A solução de $LiNO_3$ é a mais recomendada, por apresentar melhor eficiência e uma maior taxa de penetração durante o tratamento, além de possuir um pH neutro (THOMAS e STOKES, 2004; FENG *et al.*, 2005; FOURNIER *et al.*, 2005), porém esta solução deve estar associada a surfactantes para garantir uma melhor percolação no concreto.

2.5.1.1 Estudos de laboratório

Na tentativa de combater as expansões provocadas pela RAS, numerosos estudos de laboratório têm sido realizados em barras de argamassa e prismas de concreto, utilizando compostos à base de lítio.

Nos estudos realizados por Stark *et al.* (1993), barras de argamassa foram moldadas de acordo com a ASTM C 227 e tratadas por saturação em soluções de LiOH, Li_2CO_3 e LiF. O tratamento foi executado em diversas idades, níveis de expansões e ciclos de saturação. Os resultados mostraram que a saturação em solução de LiOH foi mais eficiente em controlar as expansões, com um aumento de apenas 6%, após o tratamento, enquanto que a referência (sem tratamento) teve um aumento de 129% nos valores de expansão.

Nesta mesma linha, Stokes *et al.* (2000) desenvolveram uma fórmula de $LiNO_3$ (Solução com 30% de nitrato de lítio diluído em água com surfactante) capaz de penetrar com maior facilidade em argamassas e concretos endurecidos. O tratamento apresentado pelos pesquisadores foi realizado em prismas de concreto, moldados de acordo com a ASTM C 1293. Na idade de 10 e 16 semanas, quando os prismas apresentavam expansões de 0,061% e 0,107%, respectivamente, os prismas foram retirados da condição de elevada umidade a 38°C, com exceção dos prismas de referência, e deixados secar em ambiente de laboratório por três dias. Em seguida, cada série de prismas foi imersa, por um dia, em água e solução de $LiNO_3$, respectivamente, e submetidas a um ou cinco ciclos de tratamento (cada ciclo correspondia a 3 dias secando e um dia em tratamento). Após o tratamento os prismas retornaram para a condição de elevada umidade e continuaram a ser medidas as suas expansões. Os resultados mostraram que a redução nas expansões foi mais significativa para o concreto tratado com cinco ciclos e com um nível de deterioração maior (16 semanas). Esse mesmo estudo é apresentado, de forma mais abrangente, no trabalho do Thomas e Stokes (2004) onde são empregadas as técnicas de impregnação de lítio pelo método eletroquímico e à vácuo.

Outras investigações foram realizadas por Hasparyk (2005), onde a pesquisadora avaliou a eficiência do $LiNO_3$ em combate à RAA, tanto em testemunhos de concreto extraídos de uma estrutura já afetada pela reação (Usina Hidrelétrica de Furnas) como em corpos-de-prova moldados em laboratório com o mesmo agregado. Os resultados indicaram a potencialidade do $LiNO_3$ na redução das expansões geradas nos testemunhos extraídos, podendo atingir cerca de 40%, dependendo do estado de deterioração do concreto, comparando-se os testemunhos tratados com os não tratados previamente, e após exposição ao ataque alcalino (NaOH a 1N) a 38ºC por um ano de ensaio.

No caso dos corpos-de-prova moldados em laboratório por Hasparyk (2005), foram realizados 2 tratamentos ao longo do estudo, a saber: o primeiro aos 155 dias, após ataque em ambiente prescrito na ASTM C 1293, envolvendo 5 dias de secagem e 2 dias de imersão em solução de lítio, e o segundo aos 203 dias de ensaio em função da não eficiência do primeiro, secando-se os corpos-de-prova por 7 dias, seguindo-se de imersão na solução de lítio por 5 dias. Avaliando o desenvolvimento das expansões acumuladas ao final do estudo, aos 365 dias, desde o início do primeiro ataque que ocorreu antes do tratamento, a diferença nos valores das expansões é da ordem de 17% ao se comparar os corpos-de-prova tratados com os

não tratados. Porém, ao calcular a redução das expansões residuais na idade de 162 dias pós-tratamento com lítio (considerando-se os 2 tratamentos), verifica-se uma capacidade de redução de aproximadamente 80% em relação aos prismas não tratados, mostrando o grande potencial do lítio no combate da RAA.

2.5.1.2 Aplicações de campo

Embora inúmeras estruturas tenham sido tratadas com compostos à base de lítio, existem poucos dados disponíveis nas bibliografias sobre a taxa de penetração dos íons lítio no interior do concreto, bem como a eficiência do tratamento em combate da RAS (THOMAS; STOKES, 2004; THOMAS *et al.*, 2007; FOLLIARD *et al.*, 2008).

Thomas e Stokes (2004) e Folliard *et al.* (2006) descrevem o tratamento de 6,4 km de pavimento de concreto da rodovia de *State Route 1* em Delaware, EUA, onde foram realizadas seis aplicações superficiais com solução de $LiNO_3$ (30%), a uma taxa de 0,24 l/m², durante um período de três anos (um tratamento em cada inverno e outono de cada ano). Algumas regiões definidas como referência não foram tratadas de forma a permitir uma análise comparativa com o tratamento e avaliar a sua eficiência. O monitoramento incluiu inspeção visual, determinação do módulo de elasticidade e da concentração de íons lítio em corpos-de-prova extraídos, além de ensaios com ultra-som. Na análise visual foi observada uma maior incidência de fissuras, principalmente próximo às juntas, nas regiões de referência (não tratada). Apesar das diferenças na aparência visual, os resultados de módulo de elasticidade e dados de ultra-som apresentaram pouca diferença, ao comparar as regiões de referência com aquelas tratadas. Os resultados de profundidade de penetração dos íons lítio nas zonas tratadas mostraram uma concentração de lítio inferior a 0,02%, com profundidades de penetração de até 50 mm, como pode ser observado na Figura 2.10.

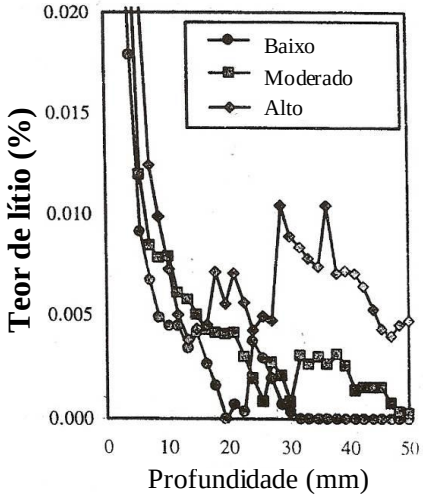

Figura 2.10 - Resultados da penetração dos íons lítio para diferentes níveis de deterioração do concreto (THOMAS; STOKES, 2004).

Segundo Thomas e Stokes (2004), a deterioração do concreto de pavimentos afetados pela RAS é mais avançada na superfície, especialmente próximo às juntas. Esse fato pode ser explicado devido ao elevado grau de saturação, menor grau de restrição, exposição severa ao congelamento e ao descongelamento, tráfego de carga intenso e aplicação de sais de descongelamento.

Recentemente, Folliard *et al.* (2008) publicaram um estudo de caso envolvendo o tratamento de estruturas afetadas pela RAS com solução de $LiNO_3$. O objetivo do trabalho foi avaliar a eficiência, baseado na profundidade de penetração dos íons lítio, dos seguintes tratamentos: superficial, impregnação eletroquímica e impregnação á vácuo de $LiNO_3$. Para isso, foram selecionadas três estruturas afetadas pela RAS, sendo: seções de pavimento de concreto, barreiras de proteção de rodovia e pilares de uma ponte. O tratamento superficial com $LiNO_3$ foi realizado no pavimento a uma taxa de 0,12 a 0,24 l/m². Três seções com níveis de deterioração diferentes (baixo, moderado e alto) foram selecionadas e para cada nível foram escolhidas mais quatro seções que receberam o tratamento (controle, um, dois e três aplicações). Para determinar a profundidade de penetração de íons lítio, corpos-de-prova (10 x 20 cm) foram extraídos e enviados ao laboratório, onde foram retiradas amostras na forma de pó a cada milímetro de profundidade. Em seguida, foi realizada uma diluição com ácido da amostra e a análise da concentração de íons lítio foi determinada por cromatografia iônica. Os resultados mostraram profundidades de penetração dos íons lítio de até 10 mm, no entanto a quantidade necessária para combater a RAS (100 ppm, segundo FOLLIARD *et al.* 2008) foi encontrada apenas nos primeiros 4 mm.

Durante o ensaio para determinar a profundidade de penetração dos íons lítio, em amostras extraídas de uma estrutura afetada pela RAS, a primeira dúvida que persiste é se a quantidade de lítio encontrada é suficiente para combater as expansões. Folliard *et al.* (2008) apresentam um exemplo, descrito a seguir, bastante interessante para determinar essa quantidade. Considerando um concreto com 3 kg/m^3 de $Na_2O_{eq.}$, a dosagem padrão para obter uma relação molar [Li]/[Na+K] de 0,74 é de 4,6 litros de solução de $LiNO_3$ (30%) para cada kg de $Na_2O_{eq.}$ Sendo assim, são necessários 13,8 l/m³ de solução de $LiNO_3$. Esta dosagem de $LiNO_3$ possui 504 g de lítio e, assumindo que metade desta quantidade de lítio fica combinada nos produtos de hidratação, apenas aproximadamente 250 g/m³ de lítio fica livre para combater a RAS. Assumindo que a massa específica do concreto é de 2350 kg/m³, a quantidade de lítio necessária para combater a RAS é de 100 ppm.

2.5.2 Impregnação eletroquímica

O primeiro estudo envolvendo a impregnação eletroquímica de lítio foi realizado por Page e Yu, em 1992. Essa técnica permite aumentar a profundidade de penetração dos íons lítio no interior do concreto, a fim de combater ou minimizar as expansões provocadas pela RAS. Outros pesquisadores costumam chamar essa técnica de migração eletroquímica de lítio ou técnica rápida de migração de lítio, entretanto o termo adotado nessa dissertação, como na maioria dos trabalhos técnicos publicados sobre o assunto, será impregnação eletroquímica de lítio (WHITMORE; ABBOTT, 2000).

A impregnação eletroquímica de lítio é uma técnica baseada na extração eletroquímica de cloreto (EEC). A diferença entre ambas recai no tipo de solução utilizada no tratamento (solução de $Ca(OH)_2$, Na(OH) ou água tratada para a EEC e solução de lítio para a impregnação eletroquímica de lítio). A EEC é uma técnica utilizada para recuperar estruturas de concreto contaminadas por cloreto e promover a repassivação das armaduras. O sistema envolve a aplicação de um campo elétrico entre as armaduras do concreto e um eletrodo externo, imerso em um reservatório de eletrólito, capaz de migrar os íons cloreto para fora da estrutura de concreto (MONTEIRO, 2002; SHARP *et al.,* 2002). Com a impregnação eletroquímica de lítio é possível tratar, ao mesmo tempo, estruturas com sintomas da RAS e com problemas de corrosão de armaduras por íons cloreto (FOLLIARD *et al.*, 2006).

Segundo Whitmore e Abbott (2000), a técnica de impregnação eletroquímica de lítio para tratamento da RAS é composta basicamente por:

a) ânodo;
b) cátodo;
c) fonte de energia;
d) fonte de íons lítio.

O ânodo é tipicamente uma tela metálica composta especialmente de titânio revestido. Esse material é basicamente inerte, ou seja, não será consumido durante o tratamento, da mesma forma que um ânodo de aço seria. O cátodo é a própria armadura da estrutura afetada. A eletricidade provém de um transformador que converte alta tensão em baixa tensão de saída, uma vez que não é seguro utilizar um sistema com mais de 40 volts em áreas públicas. A solução de lítio (eletrólito do sistema) funciona como um reservatório de íons lítio (WHITMORE; ABBOTT, 2000; SHARP *et al.* 2002).

As etapas do tratamento eletroquímico, segundo Whitmore e Abbott (2000), consistem em:

a) colocação de um geotêxtil ou material similar na superfície do concreto, para agir como um espaçador entre as telas e o concreto;
b) colocação das telas de titânio;
c) conexão das telas de titânio ao terminal positivo do transformador. O terminal negativo é conectado à armadura da estrutura em vários locais (caso a taxa de armadura da estrutura seja pequena, é necessário fazer furos estratégicos no concreto para introduzir cátodos de aço que, em seguida, são preenchidos com graute);
d) colocação de uma última camada superior de geotêxtil para cobrir as telas;
e) colocação da solução de lítio no geotêxtil;
f) cobrimento com plástico, para evitar a evaporação;
g) acionamento do transformador, onde é estabelecida uma baixa tensão entre o ânodo e o cátodo.

A Figura 2.11 ilustra o funcionamento do sistema. Após o acionamento do transformador, um campo elétrico é criado entre a tela de titânio e a armadura da estrutura. Os íons lítio, presentes na solução, transportam uma "nuvem" de carga positiva e, portanto, podem ser transferidos sob a influência do campo elétrico. Durante o tratamento, o íon lítio é repelido pela tela metálica (ânodo) e ao mesmo tempo atraído pela armadura (cátodo). Esse

campo elétrico provoca a migração dos íons lítio para dentro do concreto através da estrutura de poros e fissuras (WHITMORE; ABBOTT, 2000).

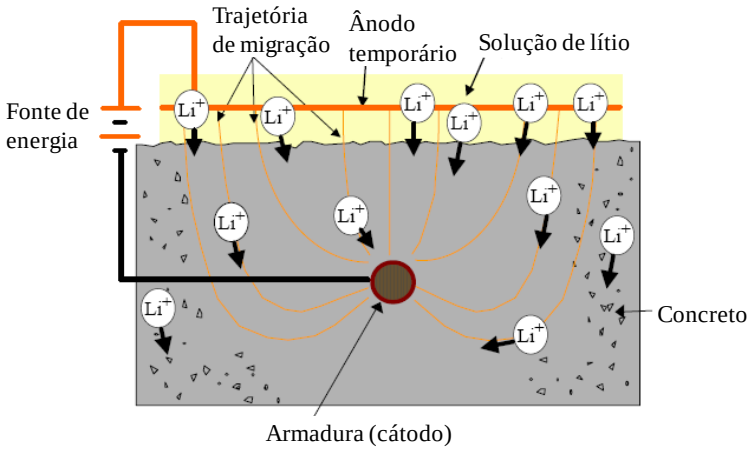

Figura 2.11 - Trajetória de migração dos íons lítio durante o tratamento eletroquímico (WHITMORE; ABBOTT, 2000).

No caso do tratamento por impregnação eletroquímica de lítio em estruturas com problemas de corrosão por íons cloreto, além da migração dos íons lítio, os íons cloreto também migram, pela ação do campo elétrico, da armadura até a tela metálica, como se pode ver na Figura 2.12. Ocorre também a migração de certos cátions (Na^+ e K^+) para regiões próximas à armadura e a produção de íons hidroxila (OH^-) na sua superfície, como conseqüência das reações catódicas (ALI; RASHEEDUZZAFAR, 1993; MONTEIRO, 2002; UEDA *et al.*, 2008).

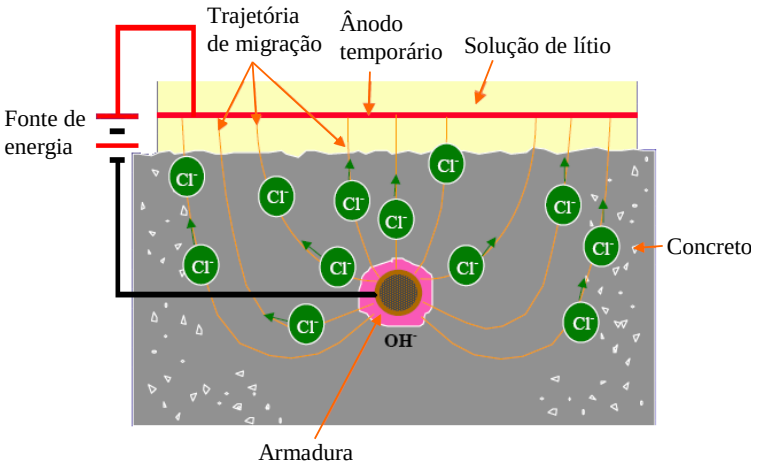

Figura 2.12 - Trajetória de migração dos íons cloreto e produção de íons hidroxila (OH^-) ao redor da armadura, durante o tratamento (NORCURE CHLORIDE REMOVAL SYSTEMS, 2001)

As Equações 2.4 e 2.5 mostram a formação de íons hidroxila (OH^-) ao redor da armadura durante os tratamentos eletroquímicos (BENNETT; SCHUE, 1993; SHARP *et al.*, 2002).

$$O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^- \quad 2.4$$

$$2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^- \quad 2.5$$

O aumento da concentração de íons hidroxila (OH^-) na solução aquosa dos poros do concreto, em volta da armadura e, consequentemente, o aumento do pH pode iniciar ou acelerar a RAS, no caso do concreto ter sido produzido com agregado potencialmente reativo (ALI; RASHEEDUZZAFAR, 1993; SHAYAN, 2000; MONTEIRO, 2002; UEDA *et al.*, 2008).

Alguns trabalhos têm sido publicados sobre o efeito de tratamentos eletroquímicos (proteção catódica por corrente impressa, EEC e realcalinização)[6] no aumento das expansões provocadas pela RAS. No trabalho realizado por Shayan (2000), utilizando a proteção catódica por corrente impressa no concreto, o pesquisador observou que o efeito do tratamento eletroquímico sobre a RAS depende da natureza do agregado, do teor de álcalis do concreto e da magnitude da densidade de corrente elétrica empregada. Ali e Rasheeduzzafar (1993) também estudaram o mesmo método eletroquímico em argamassa. Os resultados mostraram uma redução no tempo inicial de surgimento de fissuração de 40% e 60%, comparados aos tempos dos corpos-de-prova não tratados, para densidades de corrente elétrica de 215 e 1076 mA/m², respectivamente.

Diante da possibilidade de ocorrência da RAS durante a EEC, alguns pesquisadores sugerem/relatam a utilização de compostos à base de lítio, no tratamento eletroquímico de estruturas de concreto que possuam agregados potencialmente reativos (BENNETT; SCHUE, 1993; SHARP *et al.*, 2002; AASHTO ESPECIFICATION, 2005). Ueda *et al.* (2008) propõem um procedimento para avaliar a aplicabilidade do método eletroquímico (proteção catódica, EEC ou realcalinização), levando-se em consideração seus efeitos sobre a RAS. Esse procedimento prescreve a avaliação da expansão residual de testemunhos de concreto, submetidos a um tratamento eletroquímico em laboratório, com o objetivo de determinar a densidade de corrente elétrica e a duração do tratamento a ser empregado na estrutura deteriorada.

É importante esclarecer que a impregnação eletroquímica de lítio é empregada para tratar estruturas de concreto afetadas pela RAS. No entanto, essa técnica também pode

[6] Tratamentos utilizados para recuperar estruturas com problemas de corrosão de armadura.

ser utilizada para prevenir a RAS durante o tratamento por EEC de estruturas com problemas de corrosão por íons cloreto.

2.5.2.1 Estudos de laboratório

O método utilizado em laboratório para avaliar a migração eletroquímica dos íons lítio através do concreto, em boa parte dos trabalhos técnicos publicados (LEE; LIU; SU, 2004; THOMAS; STOKES, 2004; LEE; LIU; WANG, 2008), é baseado na metodologia prescrita pela ASTM C 1202. Nesse método, os corpos-de-prova de concreto (diâmetro igual a 10 cm e altura igual a 20 cm) são moldados com agregado reativo e cortados em forma de disco, na idade do ensaio. Posteriormente, cada disco de concreto é preparado de acordo com a ASTM C 1202 e colocado entre duas células eletroquímicas, contendo cada célula um eletrodo de aço inoxidável (Figura 2.13). Dentro das células são colocadas solução de lítio (ânodo) e soluções de $Ca(OH)_2$ ou KOH + NaOH (cátodo). Em seguida é aplicada uma diferença de potencial elétrico (ddp) entre os eletrodos e amostras da solução do cátodo são coletadas para a análise química. Após o término do ensaio, os corpos-de-prova são cortados para determinar a profundidade e a concentração dos íons lítio no interior do concreto.

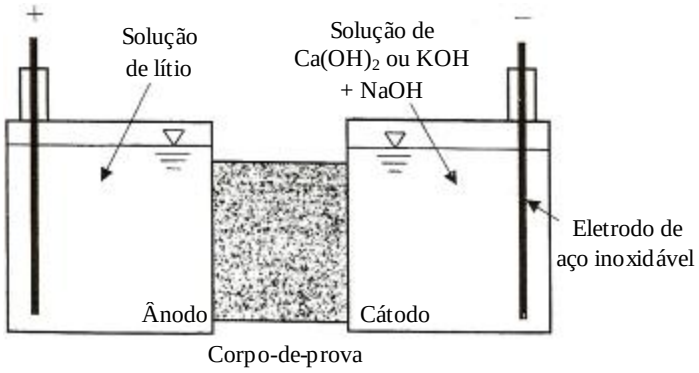

Figura 2.13 - Célula de migração eletroquímica (LEE; LIU; SU, 2004).

No estudo realizado por Thomas e Stokes (2004), utilizando o método descrito anteriormente, com uma ddp de 20V e para as soluções: ânodo com solução de $LiNO_3$ (30% sem surfactante) e cátodo com 0,3 M de KOH + 0,1 M de NaOH saturado com $Ca(OH)_2$, observou-se que o tempo decorrido para os íons lítio atravessarem 50 mm de espessura de concreto e começarem a se acumular no cátodo foi de aproximadamente 21 dias para o concreto com pouca expansão (0,018% aos 28 dias de idade pelo método dos prismas de concreto, conforme ASTM C 1293), 7 dias para o concreto com moderada expansão (0,061% a 10 semanas) e 5 dias para o concreto com alto nível de expansão (0,107% a 16 semanas). As

concentrações de lítio, correspondente à profundidade de 25 mm, foram de 0,031%, 0,065% e 0,093% para os concretos com níveis de expansões de 0,018%, 0,061% e 0,107%, respectivamente.

A Tabela 2.3 apresenta o tempo de duração do tratamento para os diversos níveis de expansão estudados.

Tabela 2.3 - Duração do tratamento eletroquímico (THOMAS; STOKES, 2004).

Expansão (%)	**Duração do tratamento (dias)**
0,018	101
0,061	42
0,107	35

Lee, Liu e Su (2004, 2008) também utilizaram o método baseado na ASTM C 1202, para diferentes espessuras de discos de concreto (5, 10, 15 e 20 cm), duração do tratamento de 30 dias, densidade de corrente elétrica de 9 A/m² e soluções de LiOH (ânodo) e $Ca(OH)_2$ (cátodo). Os autores constataram que o comprimento do corpo-de-prova é diretamente proporcional ao tempo requerido para os íons lítio atravessarem a amostra, como esperado, e as concentrações dos íons no concreto diminuem significativamente, como se pode ver na Tabela 2.4.

Tabela 2.4 - Resultados da migração dos íons lítio para diferentes comprimentos das amostras de concreto (LEE; LIU; SU, 2004, 2008).

Comprimento da amostra (cm)	**Tempo para os íons lítio atravessarem a amostra (dias)**	**Teores de íons lítio no concreto (kg/m³)**
5	6	0,957
10	12	0,603
15	18	0,374
20	24	0,381

No trabalho realizado por Silva *et al.* (2008), além dos tratamentos com lítio, como impregnação eletroquímica, saturação e ciclos de molhagem/secagem, foram estudados também sete tipos de revestimentos impermeáveis. Os corpos-de-prova utilizados nos ensaios foram extraídos de uma estrutura afetada pela RAS e possuíam formato cilíndrico de 74 mm de diâmetro e alturas de 160 mm e 50 mm. Antes dos tratamentos, os corpos-de-prova foram preparados de acordo com a ASTM C 1202. Na impregnação eletroquímica foram utilizadas 3

ddp (20V, 40V e 60V), solução de 30% de $LiNO_3$ (cátodo) e água (ânodo). Ao final do tratamento, que durou uma semana, foi determinado o teor de íons lítio e o Na_2O_{eq} do concreto, para diferentes profundidades; também foi avaliada a expansão dos corpos-de-prova de 74x160mm. As Figuras 2.14 e 2.15 apresentam esquematicamente a metodologia empregada pelos autores nos corpos-de-prova de 50 mm e 160 mm de altura, respectivamente.

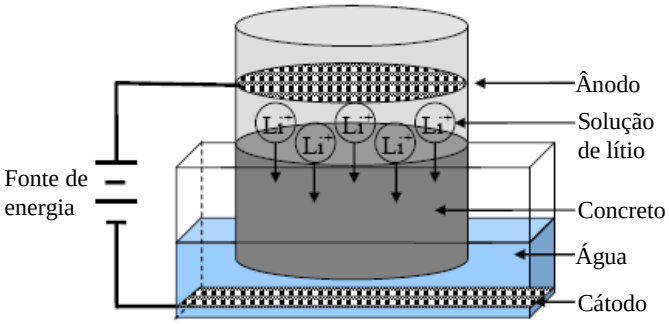

Figura 2.14 - Esquema mostrando a impregnação eletroquímica de lítio em corpo-de-prova de 74x50mm (SILVA *et al.*, 2008).

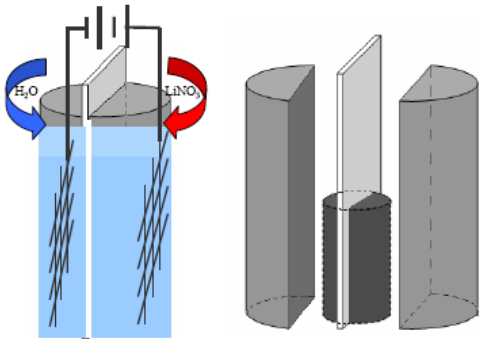

Figura 2.15 - Esquema mostrando a impregnação eletroquímica de lítio em corpo-de-prova de 74x160mm (SILVA *et al.*, 2008).

A Tabela 2.5 apresenta os resultados do teor de lítio e do Na_2O_{eq} do concreto, para profundidades de 1 cm e 4 cm e ddp de 20V, 40V e 60V.

Tabela 2.5 - Resultados do teor de lítio e do Na_2O_{eq} do concreto para diferentes profundidades e ddp's (SILVA *et al.*, 2008).

Profundidade (cm)	**ddp (V)**	**Li (%)**	**Na_2O_{eq} (%)**
1	20V	0,006	0,069
	40V	0,012	0,035
	60V	0,008	0,023
4	20V	0,002	0,104
	40V	0,006	0,070
	60V	0,023	0,033

Segundo Silva *et al.* (2008), a eficiência do tratamento por impregnação eletroquímica de lítio parece estar diretamente relacionada com a ddp aplicada. Apesar das diferenças obtidas no primeiro centímetro de amostragem, a ddp de 60V mostrou ser a mais eficiente para a profundidade de 4 cm. A diminuição do Na_2O_{eq} do concreto pode ser associada a um mecanismo de troca catiônica. Com apenas uma semana de tratamento eletroquímico, esse método revelou ser mais eficiente que 4 semanas de saturação.

2.5.2.2 Aplicações de campo

Atualmente, existem poucos casos relatados na literatura sobre o uso da técnica de impregnação eletroquímica de lítio para recuperar estruturas afetadas pela RAS. No trabalho de Whitmore e Abbott (2000), os autores descrevem três casos nos Estados Unidos utilizando essa técnica, sendo dois tabuleiros de pontes (Arlington, Virginia em 1995 e Seaford, Delaware em 1997) e cinco blocos de fundação da ponte de New Jersey, em 1999.

O tratamento do tabuleiro da ponte de Arlington, Virgínia, correspondeu a uma área total de 720 m² (dois vãos livre). Devido à inclinação do tabuleiro e ao custo elevado da solução de lítio, foi necessário desenvolver um sistema de reutilização do produto. Para isso, foi montado um sistema de bombas interligando dois reservatórios, colocados na parte inferior (captação) e superior (armazenamento) do tabuleiro da ponte, para garantir a circulação contínua da solução. As etapas do tratamento foram realizadas de acordo com o item 2.5.2 deste capítulo, com duração total de oito semanas. Durante o tratamento, amostras da solução foram coletadas e enviadas ao laboratório para saber a quantidade de lítio que penetrava no concreto. A Tabela 2.6 apresenta os dados da análise química da solução.

Tabela 2.6 - Concentrações de lítio durante o tratamento eletroquímico (WHITMORE; ABBOTT, 2000).

Idade (dias)	**Vão 4 (ppm)**	**Vão 5 (ppm)**
0	4200	4200
4	------	2554
5	2147	------
16	------	646
17	707	------
24	------	217
25	179	------

Os dados apresentados na Tabela 2.6 revelaram que há uma rápida migração dos íons lítio, da solução para dentro do concreto, na primeira semana de tratamento. Após cerca de três semanas de operação, a concentração de íons lítio diminuiu consideravelmente. Terminado o tratamento, foram extraídas amostras do concreto, em diferentes profundidades, para determinar a concentração de lítio que penetrou no concreto. Os resultados mostraram uma profundidade de penetração dos íons lítio de aproximadamente 32 mm. Apesar de,

aparentemente, ser uma pequena profundidade de penetração, Thomas e Stokes (2004) afirmam que profundidades em torno de 50 mm podem ser suficientes para retardar a taxa de expansão da reação e aumentar a vida útil da estrutura.

O tabuleiro da ponte de Seaford (Delaware) também recebeu o mesmo tipo de tratamento da ponte de Arlington (Virginia), correspondendo a uma área tratada de 1600 m². Entretanto, baseado na experiência adquirida anteriormente, era sabido que a concentração de íons lítio seria esgotada dentro de 3 a 4 semanas. Sendo assim, foi planejada a substituição da solução após esse período, de modo a garantir a máxima impregnação durante todo o tempo do tratamento. Os resultados de profundidade de penetração dos íons lítio no interior do concreto, após o tratamento, não foram determinados, sendo apenas feito o monitoramento da diminuição da concentração de íons lítio da solução durante o tratamento. A Figura 2.16 apresenta o tratamento realizado no tabuleiro da ponte.

Figura 2.16 - Tratamento eletroquímico do tabuleiro da ponte de Seaford, Delaware - EUA (NORCURE CHLORIDE REMOVAL SYSTEMS, 2001)

Quanto aos blocos de fundação da ponte de New Jersey, o tratamento foi realizado exclusivamente para recuperar a estrutura afetada pela RAS, ao passo que se não fossem realizados poderiam comprometer a integridade estrutural de toda a ponte. Ao todo foram tratados cinco blocos com dimensões de 6 m² de área superficial por 1,5 m de profundidade. Em virtude do estado avançado de deterioração dos blocos, foi injetado graute (10% de solução de $LiNO_3$ adicionada à água da mistura) nas fissuras e as laterais foram seladas, antes do tratamento eletroquímico. Foram também feitos furos verticais nos blocos para a inserção de aço cátodo, uma vez que os blocos possuíam uma baixa taxa de armadura, que certamente prejudicaria a velocidade de migração dos íons lítio. As etapas seguintes do tratamento foram

realizadas conforme descrito anteriormente (item 2.5.2) deste capítulo, com duração de quatro semanas. A Figura 2.17 apresenta o tratamento eletroquímico realizado no bloco de fundação.

Figura 2.17 - Tratamento eletroquímico realizado no bloco de fundação da ponte de New Jersey (VECTOR CORROSION TECHNOLOGIES, 2007).

Folliard *et al.* (2006) relatam outro caso de tratamento eletroquímico, para combater a corrosão, aplicado na ombreira da ponte de Latchford, Ontário (1992), onde foi realizada a técnica de EEC com a utilização de lítio como eletrólito. (Figura 2.18)

Figura 2.18 - Ponte sobre o rio Montreal próximo a Latchford, Ontário (FOLLIARD et al., 2006).

Folliard *et al.* (2008) apresentam, também, a ponte de Houston no Texas (Figura 2.19), onde foi realizado o tratamento eletroquímico em dois pilares para combater exclusivamente a RAS. O tratamento foi realizado com solução de $LiNO_3$ (30%), ddp de 40 V e duração de 6 a 8 semanas.

Figura 2.19 - Impregnação eletroquímica de lítio no pilar da ponte Houston, Texas (Folliard *et al.*, 2008)

Os resultados encontrados por Folliard *et al.* (2008) estão apresentados nas Figuras 2.20 e 2.21.

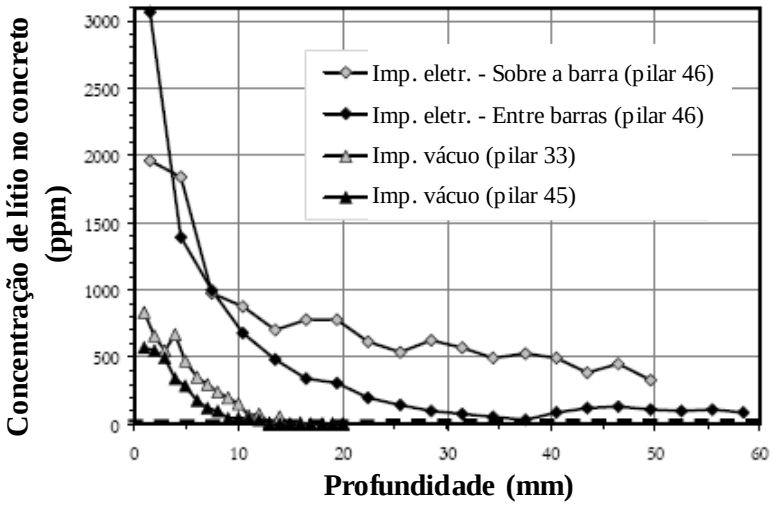

Figura 2.20 - Profundidade de penetração dos íons lítio no pilar da ponte Houston, Texas (Folliard *et al.*, 2008).

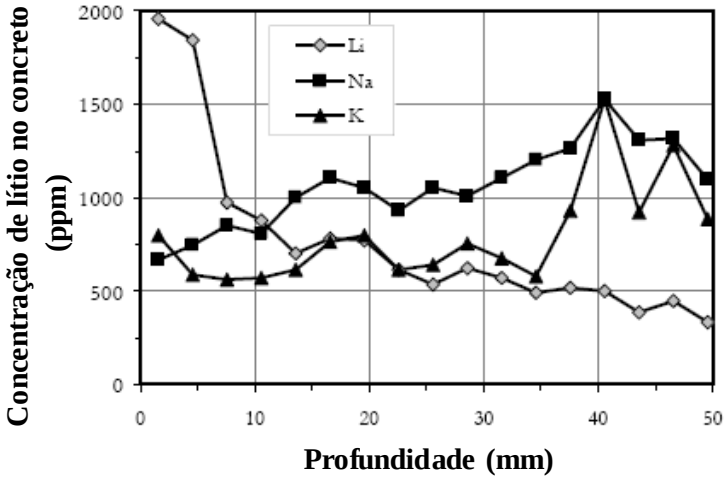

Figura 2.21 - Perfil de íons Na e K do pilar da ponte Houston, Texas (Folliard *et al.*, 2008).

Como se pode ver na Figura 2.20 o lítio conseguiu penetrar, em quantidade suficiente para combater a RAS (>100ppm), em todo o cobrimento do pilar (50 mm), chegando até a armadura. É possível observar na Figura 2.21 que os íons Na e K também se dirigiram para a superfície da barra. Segundo Folliard *et al.* (2008), são necessárias mais pesquisas para saber se o beneficio da impregnação eletroquímica de lítio é superado pelo efeito negativo do aumento da expansão, ao redor da armadura, devido à presença de um elevado pH, íons Na e K e agregado reativo.

2.5.3 Impregnação a vácuo

A impregnação a vácuo é uma técnica alternativa de injeção sob pressão negativa utilizada para aumentar a profundidade de penetração dos íons lítio no interior do concreto afetado pela RAS. Segundo Thomas *et al.* (2007) o tratamento por impregnação a vácuo em estruturas pode ser realizado da seguinte forma (Figura 2.22):

a) colocação de uma fita adesiva de dupla face no perímetro da área a ser tratada;
b) colocação de uma tela de plástico sobre a superfície do concreto e entre os limites das fitas;
c) colocação de tubos dentro da área a ser tratada para distribuir a solução de lítio;
d) cobrimento de toda área com plástico; o plástico é fixado pela fita adesiva em todo o seu perímetro, constituindo um sistema totalmente selado;
e) aplicação de vácuo na superfície selada para remover ar e umidade do interior das fissuras;

f) introdução da solução de lítio no sistema através dos tubos, após ter sido alcançado o vácuo constante de aproximadamente 0,5 atm.

Figura 2.22 - Etapas do tratamento por impregnação a vácuo de lítio aplicado em barreiras de proteção de rodovia, próximo a Leominster-MA (THOMAS *et al.* 2007).

2.5.3.1 Estudos de laboratório

Thomas e Stokes (2004) estudaram em laboratório os efeitos da impregnação a vácuo de lítio sobre a profundidade de penetração no concreto. O processo de preparação das amostras de concreto seguiu o método proposto pela ASTM C 1202, onde os discos de concreto, depois de saturados a vácuo usando água com cal, foram secos por sete dias em ambiente de laboratório (21°C e 55% UR) e colocados dentro de um dessecador, onde o vácuo foi aplicado (< 1 mm Hg) por três horas. Em seguida, foi introduzida, no dessecador, uma solução de $LiNO_3$ (30%) e o vácuo foi aplicado novamente por mais uma hora (os discos de referência não foram submetidos ao vácuo). Após o término da aplicação do vácuo, os discos de concreto permaneceram imersos em solução de $LiNO_3$, sob pressão atmosférica, por mais sete dias, quando foram determinadas as profundidades de penetração dos íons lítio, tanto nos discos submetidos ao vácuo quanto nos discos de referência. Os resultados mostraram uma profundidade de penetração dos íons lítio, no concreto submetido ao vácuo, superior a 25 mm enquanto o concreto de referência (não submetido ao vácuo) apresentou profundidades de 20 mm.

2.5.3.2 Aplicações de campo

A Figura 2.23 apresenta o tratamento por impregnação a vácuo de lítio realizado numa barreira de proteção de rodovia afetada pela RAS. A estrutura é a mesma do trabalho de Thomas *et al.* (2007), conforme apresentado na Figura 2.22, e a duração da aplicação do vácuo foi de 7 horas e 15 minutos (FOLLIARD *et al.*, 2008).

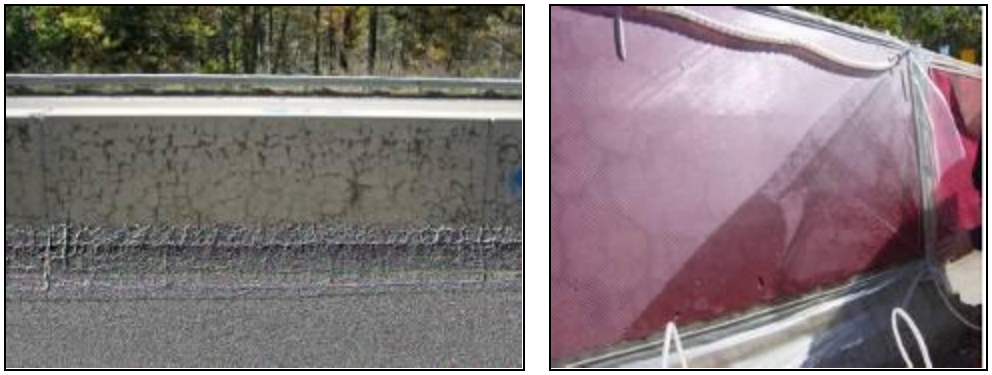

Figura 2.23 - (a) estrutura afetada pela RAS (b) tratamento por impregnação à vácuo de lítio aplicado na barreira de proteção de rodovia (FOLLIARD *et al.*, 2008).

Os resultados obtidos com esse tratamento apresentaram uma profundidade de penetração dos íons lítio da ordem de 2 mm a 4 mm. Um dos pilares da ponte Houston no Texas (Figura 2.20) também recebeu o mesmo tratamento e os resultados mostraram profundidades de penetração de íons de 8 a 10 mm. Segundo Folliard *et al.* (2008), esse método foi mais eficiente que o tratamento superficial. É importante enfatizar que nas profundidades encontradas apresentam uma concentração mínima de 100 ppm de lítio, quantidade esta que é teoricamente necessária para combater a expansão.

CAPÍTULO 3 - PROGRAMA EXPERIMENTAL

3.1 ASPECTOS GERAIS

Com o objetivo de avaliar a eficiência do $LiNO_3$ em mitigar expansões residuais provocadas pela RAS, diversos corpos-de-prova de concreto e argamassa foram moldados com um agregado conhecidamente reativo e submetidos ao processo acelerado de expansão. Após um determinado nível de expansão (0,04% para os concretos e 0,18% para as argamassas), e dentro dos limites mínimos normalmente estabelecidos nas normas de referência, os corpos-de-prova foram submetidos a diversas condições de exposição/tratamento, de acordo com o fluxograma da Figura 3.1. Após cada condição de exposição/tratamento, os corpos-de-prova retornaram para o processo acelerado de expansão para avaliar a eficiência de cada tratamento.

O estudo ficou divido em duas etapas, sendo a primeira realizada em concreto, utilizando-se o método acelerado dos prismas de concreto (NBR 15577-6/2008 adaptada) e a segunda etapa em argamassa, utilizando-se o método acelerado em barras de argamassa (NBR 15577-4/2008 adaptada).

Todo o programa experimental foi realizado nos laboratórios do Centro Tecnológico de Engenharia Civil de FURNAS Centrais Elétricas S.A, situado em Aparecida de Goiânia - GO. Essa pesquisa faz parte do projeto de P&D de FURNAS, dentro do ciclo 2004/2005 da ANEEL designado: “Identificação de agregados reativos e combate da reação álcali-agregado em barragens”, desenvolvido em parceria com a Universidade Federal de Goiás, no âmbito do Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Construção Civil (PPG-GECON).

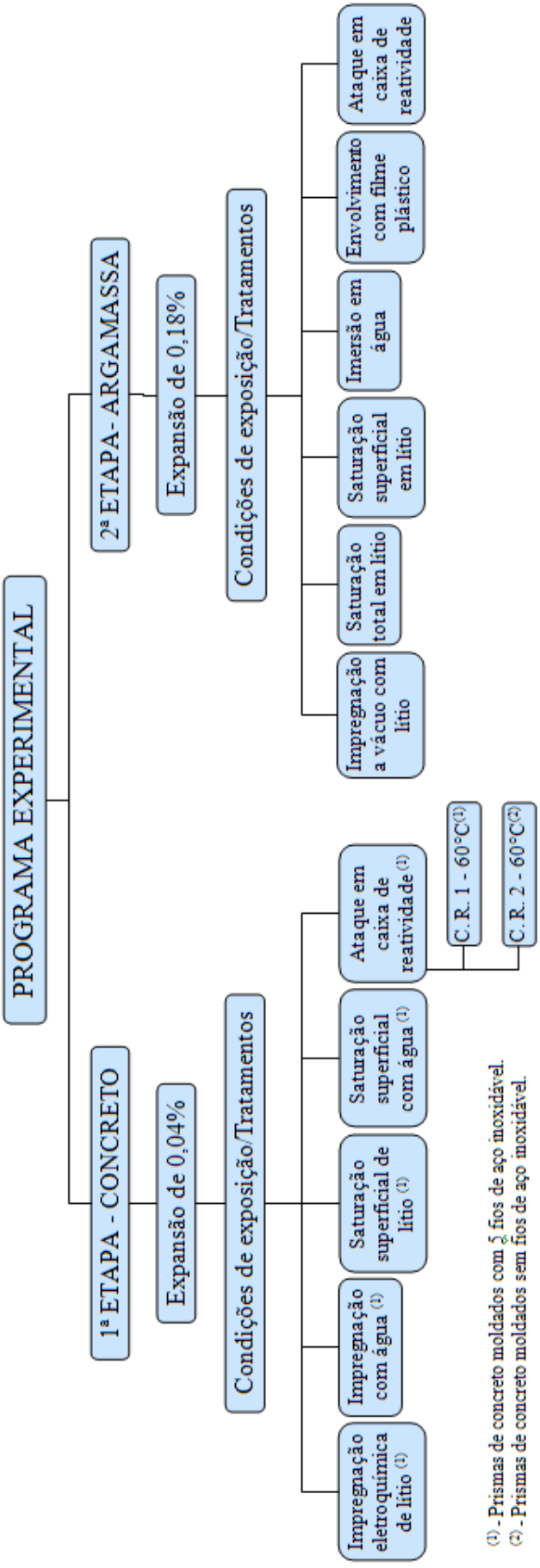

Figura 3.1 - Fluxograma do programa experimental.

3.2 MATERIAIS

Neste item será apresentada a caracterização dos materiais utilizados na confecção dos concretos e das argamassas.

3.2.1 Cimento

Foi utilizado o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V-ARI). O cimento foi fornecido em sacos de 50 kg e depois de homogeneizado, foi armazenado em tambores metálicos. A Tabela 3.1 apresenta os ensaios físicos e a análise química do cimento utilizado.

Tabela 3.1 - Ensaios físicos e análise química do cimento CP V-ARI.

Propriedades Determinadas			**Resultados**	**Limites NBR 5733/1991**	**Método de Ensaio**
Massa específica (g/cm³)			3,11	N. E.	NBR NM 23/2001
Finura	Resíduo na peneira 200 (%)		0,2	≤ 6,0	NBR 11579/1991
	Resíduo na peneira 325 (%)		1,2	N. E.	NBR 12826/1993
	Área específica (cm²/g)		4420	≥ 3000	NBR NM 76/1998
Tempos de Pega	Início de Pega (h:min)		2:40	≥ 1:00	NBR NM 65/2003
	Fim de Pega (h:min)		4:20	≤ 10:00	
Água de Consistência - Pasta (%)			28,4	N. E.	NBR NM 43/2003
Expansão em autoclave (%)			0,1	≤ 0,2[7]	ASTM C 151/2005
Expansão de Le Chatelier a quente (mm)			0,0	≤ 5,0	NBR 11582/1991
Expansão de Le Chatelier a frio (mm)			1,0	≤ 5,0	NBR 11582/1991
Resistência à Compressão (MPa)	3 dias		35,1	≥ 24,0	NBR 7215/1996
	7 dias		38,4	≥ 34,0	
	28 dias		45,2	N. E.	
Componentes Químicos (%)	Perda ao fogo		2,72	≤ 4,5	NBR NM 18/2004
	Resíduo insolúvel		0,60	≤ 1,0	NBR NM 15/2004
	Trióxido de enxofre (SO_3)		3,14	≤ 3,5	NBR NM 11-2/2004
	Óxido de magnésio (MgO)		3,02	≤ 6,5	
	Dióxido de silício (SiO_2)		19,31	N. E.	
	Óxido de ferro (Fe_2O_3)		2,57		
	Óxido de alumínio (Al_2O_3)		3,92		
	Óxido de cálcio (CaO)		62,3		
	Óxido de cálcio livre (CaO)		1,7		NBR NM 13/2004
	Álcalis Totais	Óxido de sódio (Na_2O)	0,68		NBR NM 17/2004
		Óxido de potássio (K_2O)	2,08		NBR NM 17/2004
		Equiv. alcalino (Na2Oeq.)[8]	2,05		NBR NM 17/2004
	Álcalis Solúveis em água	Óxido de sódio (Na_2Oe)	0,31		ASTM C 114/2004
		Óxido de potássio (K_2O)	1,93		ASTM C 114/2004
		Equiv. alcalino (Na_2O_{eq}.)	1,59		ASTM C 114/2004
	Sulfato de cálcio ($CaSO_4$)		5,34		---

N.E.: não especificado.

[7] Segundo a NBR 15577-4 e 6/2008, a expansão em autoclave deve ser inferior a 0,2% para destinar o cimento aos ensaios de reatividade.

[8] $Na_2O_{eq.} = Na_2O + (0{,}658.K_2O)$.

3.2.2 Agregados Miúdos

Foram utilizados dois tipos de agregado miúdo, sendo:

a) areia natural padrão do IPT, potencialmente considerada inócua no que tange ao desenvolvimento da RAA, destinada à produção dos concretos;
b) areia artificial potencialmente reativa, do tipo milonito[9], proveniente da região metropolitana de Recife, para a produção das argamassas.

De acordo com a NBR 15577-6/2008, a areia utilizada no concreto deve ser composta granulometricamente para se obter um módulo de finura de (2,7 ± 0,2) e apresentar expansão inferior a 0,19 % aos 30 dias.

Para a produção das argamassas, para o ensaio acelerado e verificação da sua potencialidade, as areias foram compostas granulometricamente segundo os limites prescritos na NBR 15577-4/2008, de acordo com a Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Frações granulométricas do agregado para o ensaio da NBR 15577-4/2008.

Peneira com abertura de malha		**Porcentagem individual em massa (%)**
Passante	**Retido**	
4,75 mm	2,35 mm	10
2,35 mm	1,18 mm	25
1,18 mm	0,60 mm	25
0,60 mm	0,30 mm	25
0,30 mm	0,15 mm	15

A Figura 3.2 apresenta os resultados médios de expansão da areia padrão do IPT e da areia artificial potencialmente reativa combinados com o cimento CP V-ARI, de acordo com a NBR 15577-4/2008. Os resultados individuais de expansão das duas areias encontram-se no Apêndice B.

[9] Mineralogia estimada do milonito: Feldspato - 50%; Quartzo - 25% a 30%; Micas (biotita e muscovita) - 10% a 15%; Opacos - 3% e traços de zircão.

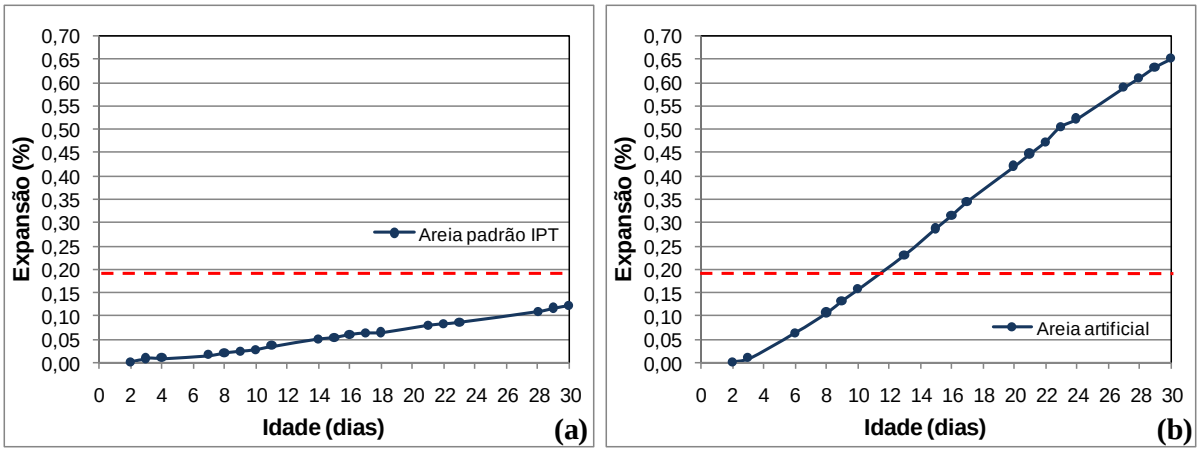

Figura 3.2 - Expansões médias da areia padrão do IPT (a) e da areia artificial (b) combinados com o cimento CP V-ARI.

Como se pode observar na Figura 3.2-a, a areia padrão do IPT apresentou expansão aos 30 dias igual a 0,12% e abaixo do limite especificado de 0,19%, podendo ser utilizada no ensaio dos prismas de concreto. A areia artificial apresentou expansão igual a 0,65% aos 30 dias, de acordo com a Figura 3.2-b (superior ao limite de 0,19% prescrito para denotar um comportamento potencialmente reativo).

A Tabela 3.3 apresenta os ensaios de caracterização da areia padrão do IPT empregada nos concretos.

Tabela 3.3 - Ensaios de caracterização da areia padrão do IPT.

Ensaios Realizados	Resultados	Método de Ensaio
Massa específica (g/cm^3)	2,64	NBR NM 52/2002
Massa específica aparente (g/cm^3)	2,61	
Massa específica na condição S.S.S (g/cm^3)	2,62	
Absorção (%)	0,32	NBR NM 30/2001

A preparação da areia padrão do IPT, antes da dosagem do concreto, teve a seguinte seqüência: (1) saturação do agregado em tambores metálicos por um período mínimo de 24h; (2) retirada da água; (3) espalhamento do material para secagem até atingir a condição S.S.S.; (4) colocação do agregado no tambor; (5) retirada de uma amostra para a determinação da umidade e lacre do tambor para preservar a umidade do material.

A preparação da areia artificial reativa, de acordo com a NBR 15577-4/2008, consistiu em lavar cada fração, para remover o pó aderido no agregado, e posterior secagem.

3.2.3 Agregado Graúdo

O agregado graúdo reativo utilizado no concreto foi proveniente da região metropolitana de Recife, sendo do tipo milonito. A Tabela 3.4 apresenta a composição granulométrica requerida para o agregado, de acordo com a NBR 15577-6/2008.

Tabela 3.4 - Frações granulométricas dos agregados de acordo com a NBR 15577-6/2008.

Peneira com abertura de malha		**Porcentagem individual em massa (%)**
Passante	**Retido**	
19,0 mm	12,5 mm	33
12,5 mm	9,5 mm	33
9,5 mm	4,75 mm	33

A Tabela 3.5 apresenta os ensaios de caracterização do agregado graúdo.

Tabela 3.5 - Ensaios de caracterização do agregado graúdo.

Ensaios Realizados	**Resultados**	**Método de Ensaio**
Massa específica (g/cm^3)	2,66	NBR NM 53/2003
Massa específica aparente (g/cm^3)	2,62	
Massa específica na condição S.S.S (g/cm^3)	2,63	
Absorção (%)	0,49	
Massa Unitária (g/cm^3)	1,46	NBR 7251/1982

A preparação do agregado graúdo, antes da dosagem do concreto, seguiu o mesmo procedimento da areia padrão do IPT, descrita em 3.2.2.

3.2.4 Água

A água empregada na produção dos concretos e das argamassas foi a água potável proveniente da rede pública de distribuição, obtida nas dependências do Laboratório de Concreto de FURNAS Centrais Elétricas S. A.

3.2.5 Solução de $LiNO_3$

Foi utilizada uma solução de $LiNO_3$ comercialmente vendida no mercado nacional. A solução utilizada é não combustível e atóxica para o manuseio e transporte. A Tabela 3.6 apresenta as características do produto fornecidas pelo fabricante.

Tabela 3.6 - Características da solução de $LiNO_3$ fornecidas pelo fabricante.

Características	Resultados
Nitrato de lítio (%)	30 a 40
Água (%)	60 a 70
Massa específica (g/cm^3)	1,20
pH	7,0 a 9,5

3.3 MÉTODOS

3.3.1 Método acelerado em prismas de concreto

O procedimento adotado para avaliar as expansões do concreto é o método acelerado dos prismas de concreto, que consiste em inserir um pino de aço inoxidável em cada extremidade do corpo-de-prova prismático, durante a moldagem, para a realização das medidas de comprimento ao longo do tempo. Esse método é uma modificação do método proposto tanto pela ASTM C 1293/2006 como pela NBR 15577-6/2008. A adaptação foi feita em cima da temperatura de exposição (método normatizado de 38°C e método acelerado de 60°C) e da duração do ensaio (método normatizado de 1 ano e método acelerado de 3 meses).

De acordo com as normas citadas, os corpos-de-prova devem ter dimensões de 75 mm x 75 mm x 285 mm e o concreto deve possuir: dimensão máxima característica do agregado graúdo de 19 mm, módulo de finura (MF) do agregado miúdo de (2,7 ± 0,2), agregados na condição S.S.S., consumo de cimento de (420 ± 10) kg/m^3, relação água/cimento (a/c) igual a 0,45 e volume de agregado graúdo, no estado compactado seco de (70 ± 0,2)% do volume total do agregado. A Tabela 3.7 apresenta a proporção dos materiais por metro cúbico, as características e as propriedades do concreto fresco.

Tabela 3.7 - Composição e características do concreto.

Concreto		**Unidade**	**Resultado**
Dados de composição	Cimento CP V-ARI	kg/m³	422
	Areia natural do IPT (na condição S.S.S.)		730
	Brita 19 mm (na condição S.S.S.)		1027
	Água		190
Características da mistura	Relação água/cimento	---	0,45
	Teor de argamassa (α)	%	52,9
	Percentagem de areia em massa	%	41,6
	Proporção cimento: agregados (1:m)	---	1:4,16
Propriedades do concreto fresco	Teor de ar	%	1,4
	Abatimento	mm	65
	Massa específica	kg/m³	2375,7
	Temperatura	°C	24,4

Para a produção do concreto foi utilizado, uma betoneira industrial, de eixo inclinado, com capacidade para 500 litros. A seqüência de introdução dos materiais na betoneira e o tempo de amassamento do concreto seguiram os procedimentos recomendados pelo Laboratório de Concreto de FURNAS Centrais Elétricas S.A. Antes de iniciar o processo de mistura, a betoneira foi imprimada com 10 % do volume de concreto a ser produzido para evitar que as paredes da betoneira, anteriormente secas, absorvessem a água da mistura. A ordem de colocação dos materiais na botoneira foi a seguinte:

a) colocação do agregado graúdo;
b) colocação do agregado miúdo;
c) colocação de metade da água;
d) mistura por 1 minuto;
e) colocação do cimento;
f) colocação do restante da água;
g) mistura por 3 minutos;
h) repouso por 3 minutos;
i) mistura por 2 minutos.

Terminada a mistura, foram medidos o teor de ar (NBR NM 47/2002), a consistência pelo abatimento do tronco de cone (NBR NM 67/1998), a massa específica (NBR 9833/1987) e a temperatura do concreto.

Ao todo foi moldado um total de 23 prismas de concreto em mesa vibratória e vibrados em duas camadas. A Tabela 3.8 apresenta a quantidade de corpos-de-prova para cada ensaio.

Tabela 3.8 - Quantidade de corpos-de-prova de concreto empregados em cada condição de ensaio.

Condição de exposição/tratamentos	**Nº de CP's**
Impregnação eletroquímica de lítio (1)	4
Impregnação com água (1)	4
Saturação superficial de lítio (1)	4
Saturação superficial com água (1)	4
Ataque em caixa de reatividade nº 1 (C. R. 1 - 60ºC) (1)	4
Ataque em caixa de reatividade nº 2 (C. R. 2 - 60ºC) (2)	3

(1) Com fio de aço inoxidável; (2) Sem fio de aço inoxidável.

Após a moldagem, foram colocados 5 fios[10] de aço inoxidável em cada corpo-de-prova (Figura 3.5-a), com exceção do C. R. 2 - 60°C, e os prismas permaneceram em câmara úmida por um período de 24 hs. Em seguida, após a desmoldagem, foi realizada a primeira leitura de referência de comprimento, e os prismas foram estocados em um recipiente hermeticamente fechado (Figura 3.6), com umidade relativa superior a 95% e temperatura de (60 ± 2)°C, de forma a acelerar as reações de expansão no concreto. Após a primeira leitura, as demais foram realizadas semanalmente até atingir uma expansão superior a 0,04%. Antes de cada leitura, os corpos-de-prova eram retirados (16 ± 4) horas da condição de 60°C e levados à câmara úmida com temperatura de (23 ± 1,7)°C. É importante ressaltar que as condições nas quais foram submetidos os corpos-de-prova não são normalizadas, bem como o tempo de exposição e os períodos de leitura de expansão, no entanto todo o método executivo foi mantido.

A condição de ataque C. R. 2 - 60°C foi criada para saber se a colocação dos fios de aço nos prismas de concreto é capaz de interferir nos resultados de expansão.

[10] Os fios de aço inoxidável possuem diâmetro igual a 3,17 mm e comprimento igual a 100 mm. A colocação dos fios de aço foi necessária para a realização dos tratamentos por processo eletroquímico.

As Figuras 3.3 a 3.6 detalham as etapas do método.

Figura 3.3 - (a) produção do concreto, (b) determinação do abatimento do tronco de cone, (c) determinação da massa específica e (d) determinação do teor de ar.

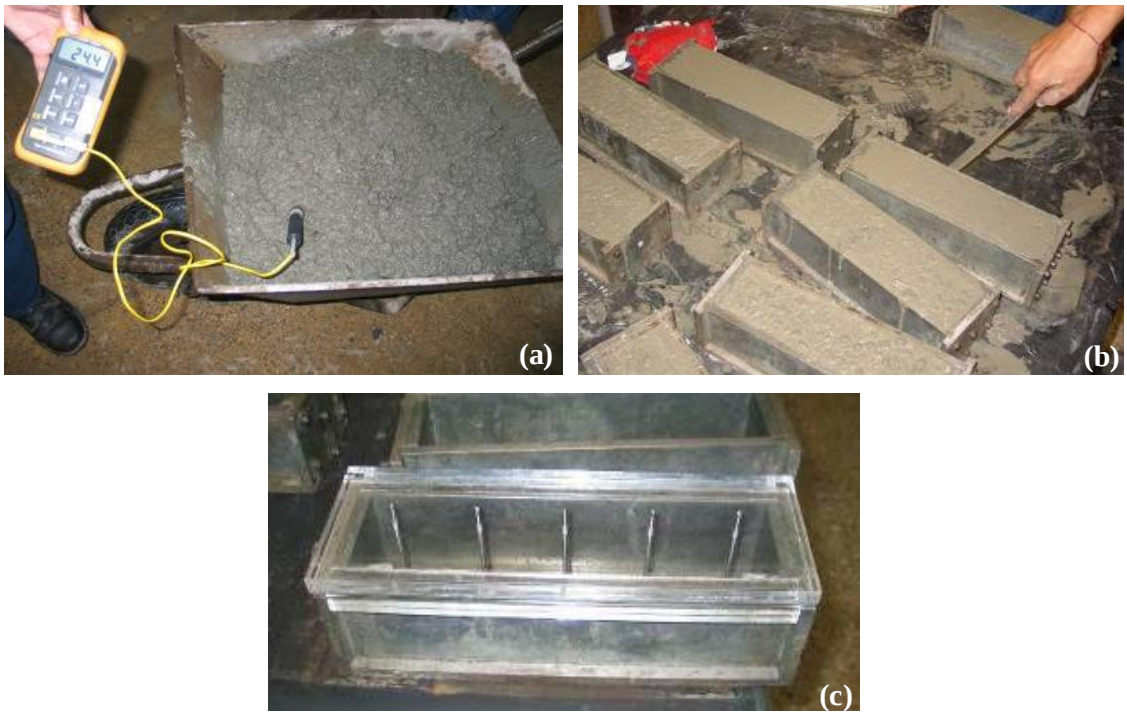

Figura 3.4 - (a) determinação da temperatura do concreto fresco, (b) moldagem dos prismas e (c) detalhe da placa de acrílico utilizada para introduzir os fios de aço inoxidável no concreto fresco.

Figura 3.5 - (a) prisma de concreto após a introdução dos 5 fios de aço inoxidável, (b) prismas moldados e (c) leitura de comprimento dos prismas.

Figura 3.6 - Condição de estocagem dos prismas (“caixa de reatividade”).

3.3.2 Método acelerado em barras de argamassa

Este ensaio é o mais utilizado para avaliar a potencialidade reativa do agregado através do monitoramento da expansão dimensional de barras de argamassa. O método é prescrito pela ASTM 1260/2007 e NBR 15577-4/2008 e consiste em moldar 3 barras de argamassa, por ensaio, (25 mm x 25 mm x 285 mm) com proporção cimento:agregado de 1:2,25, em massa, e relação a/c igual a 0,47. Logo após a moldagem, as barras foram curadas por 24 hs em câmara úmida e em seguida foram desmoldadas e curadas em água a 80°C por mais 24 hs. Depois de curadas, as barras foram medidas individualmente e transferidas para um recipiente hermeticamente fechado contendo uma solução aquosa de NaOH a 1N, a 80°C. A partir daí as leituras foram realizadas periodicamente até atingir uma expansão próxima de 0,19% (limite da NBR 15577-1/2008) para a realização dos tratamentos. Ao todo foram moldadas 18 barras de argamassa, sendo 3 barras para cada situação.

3.3.3 Análises químicas

A análise química da solução de $LiNO_3$ (coletada durante os tratamentos com lítio conforme o item 3.3.5.1.1) e do concreto na forma de pó (coletado após os tratamentos com lítio conforme o item 3.3.5.1.1) foi realizada utilizando a técnica de espectrometria de absorção atômica. O método é empregado para determinar a quantidade de um determinado metal em uma solução qualquer, usando como princípio a absorção de radiação ultravioleta por parte dos elétrons que, ao sofrerem um salto quântico depois de devidamente excitados por uma chama de gás acetileno a 3.000ºC, esses devolvem a energia recebida para o meio, voltando assim para a sua camada orbital de origem.

3.3.4 Planejamento estatístico dos experimentos

O planejamento estatístico dos resultados foi realizado de forma a se ter um critério de distribuição das amostras de concreto e argamassa para os tratamentos. Assim, para a realização dos tratamentos, adotou-se um projeto de blocos aleatorizados. Esse procedimento assegurou que todos os tratamentos fossem feitos com amostras representativas. A amostragem foi realizada blocando-se o efeito da expansão, obtida na idade do tratamento (6 semanas para os concretos e 11 dias para as argamassas), entre as amostras escolhidas.

Assim, ao separar as amostras em 4 blocos para os concretos e 3 blocos para as argamassas, realizou-se a distribuição equilibrada das amostras para todos os tratamentos.

3.3.4.1 Prismas de concreto

Na Tabela 3.9 encontra-se apresentado o resultado do projeto de blocos aleatorizados, com a distribuição das amostras de prismas de concreto para cada tipo de tratamento/condição de exposição. Após a aleatorização, as médias de cada condição variaram entre 0,042% e 0,046% de expansão. Os prismas da condição C. R. 2 - 60°C não foram agrupados nessa análise devido à inexistência de fios de aço inoxidável.

Tabela 3.9 - Tratamento estatístico realizados nos prismas de concreto na idade do tratamento.

Blocos / **Condições**	**B1**		**B2**		**B3**		**B4**		**Média**
	Exp. (%)	**Prisma**	**Exp. (%)**	**Prisma**	**Exp. (%)**	**Prisma**	**Exp. (%)**	**Prisma**	
Imp. com água	0,037	B01	0,041	B08	0,045	B07	0,047	B04	0,043
Imp. eletr. Li	0,035	B14	0,040	B06	0,047	B02	0,048	B17	0,042
Sat. sup. Li	0,036	B13	0,043	B03	0,045	B19	0,050	B05	0,044
C. R. 1 - 60°C	0,030	B16	0,044	B09	0,047	B18	0,064	B11	0,046
Sat. sup. com água	0,037	B15	0,039	B20	0,047	B12	0,058	B10	0,045
							Média (%)		**0,044**
							Desvio padrão (%)		**0,002**
							Coeficiente de variação (%)		**3,7**

3.3.4.2 Barras de argamassa

Na Tabela 3.10 encontram-se apresentados o resultado do projeto de blocos aleatorizados, com a distribuição das amostras de barras de argamassa para cada tipo de tratamento/condição de exposição. Após a aleatorização dos resultados, as médias de cada tratamento/condição de exposição variaram entre 0,182% e 0,185% de expansão.

Tabela 3.10 - Tratamento estatístico realizados nas barras de argamassa na idade do tratamento.

Blocos / Condições	B1		B2		B3		Média
	Exp. (%)	Prisma	Exp. (%)	Prisma	Exp. (%)	Prisma	
Ataque em caixa de reat.	0,18	990	0,18	981	0,19	994	0,184
Imersão em água	0,17	986	0,19	979	0,19	984	0,182
Sat. sup. Li	0,18	989	0,19	995	0,19	980	0,184
Sat. total. Li	0,18	993	0,18	996	0,20	991	0,185
Imp. vácuo. Li	0,17	985	0,19	982	0,20	992	0,185
Envolv. filme plástico	0,17	988	0,19	987	0,19	983	0,182
					Média (%)		**0,184**
					Desvio padrão (%)		**0,001**
				Coeficiente de variação (%)			**0,6**

3.3.5 Condições de exposição/tratamento

3.3.5.1 Prismas de concreto

Uma vez atingida a expansão de 0,04%, conforme item 3.3.1, que ocorreu na 6ª semana de idade, os prismas (exceto das condições C. R. 1 - 60°C e C. R. 2 - 60°C) foram retirados do recipiente hermeticamente fechado e estocados inicialmente em ambiente de laboratório (24°C ± 4°C e U. R. 55% ± 15%) para secar durante 2 dias. Após observar que os prismas ainda apresentavam a umidade superficial, e com o objetivo de aumentar a eficiência dos tratamentos, os prismas foram transferidos para uma estufa (40°C ± 2°C e U. R. 30% ± 5%) para secarem por mais 5 dias. Após esse período de secagem, de 7 dias, os primas foram retirados da estufa e permaneceram em ambiente de laboratório por mais 1 dia, para equilíbrio de temperatura. Em seguida, foram colados os mini-reservatórios de acrílico na superfície dos prismas, com o auxílio de silicone, e aguardou-se mais 1 dia para a secagem do silicone. Após essa preparação inicial, de 9 dias, os prismas foram tratados de acordo com cada método descrito nos itens 3.3.5.1.1 a 3.3.5.1.5.

Após o término dos tratamentos, os corpos-de-prova retornaram para o mesmo recipiente hermeticamente fechado anteriormente empregado (60°C ± 2°C e U. R. > 95%) para um novo ataque e as leituras de comprimento foram realizadas aproximadamente a cada 7 dias durante o primeiro mês e a cada 10 dias no segundo mês, de forma a dar continuidade à sua exposição ao ambiente agressivo para desenvolvimento da RAS. Quando os prismas

retornaram para a condição de ataque na caixa de reatividade, a leitura inicial pós-tratamento só foi realizada 3 dias após a permanência dos prismas na caixa de reatividade, após a estabilização das amostras nesta condição. Ao todo foram realizadas 8 leituras após os tratamentos, sem contar a leitura inicial de referência.

3.3.5.1.1 Impregnação eletroquímica de lítio

O método desenvolvido em laboratório é uma adaptação feita pelo autor para simular o tratamento realizado em uma estrutura armada, conforme descrito por Whitmore e Abbott (2000), e consistiu em aplicar uma ddp de 40 V, por 28 dias, entre os fios de aço inoxidável, colocados durante a moldagem, e uma tela de aço inoxidável[11] colocada dentro de uma solução de $LiNO_3$. A solução, por sua vez, ficou armazenada dentro de um mini-reservatório de acrílico colado na superfície dos prismas de concreto, conforme se pode observar nas Figuras 3.7-a e 3.7-b e, esquematicamente, na Figura 3.8.

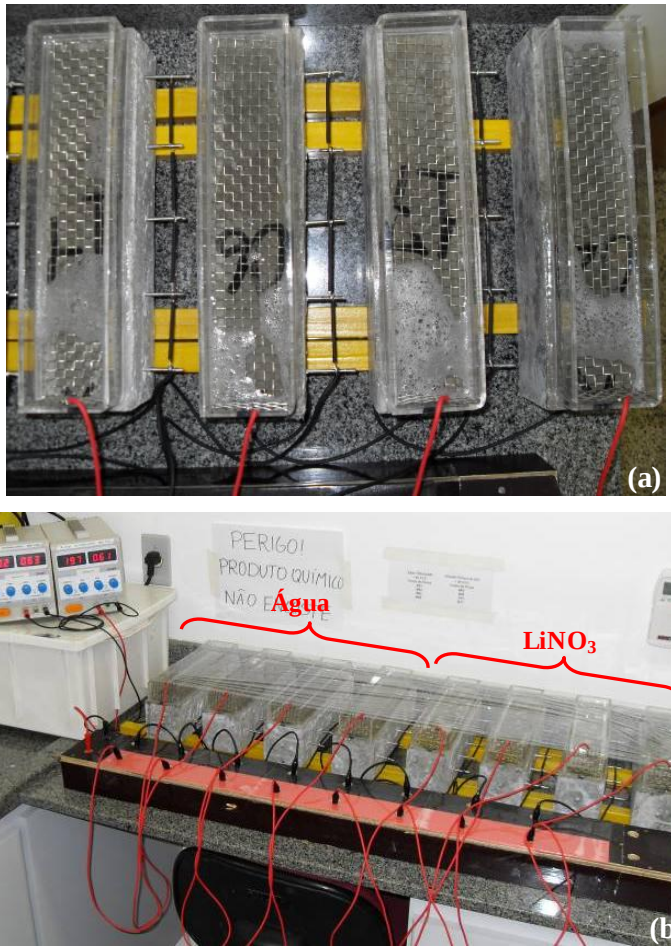

Figura 3.7 - Tratamento por impregnação eletroquímica de lítio (a) e impregnação com água (b) nos prismas de concreto.

[11] A tela possui uma malha de 5,46 mm e diâmetro do fio igual a 0,88 mm.

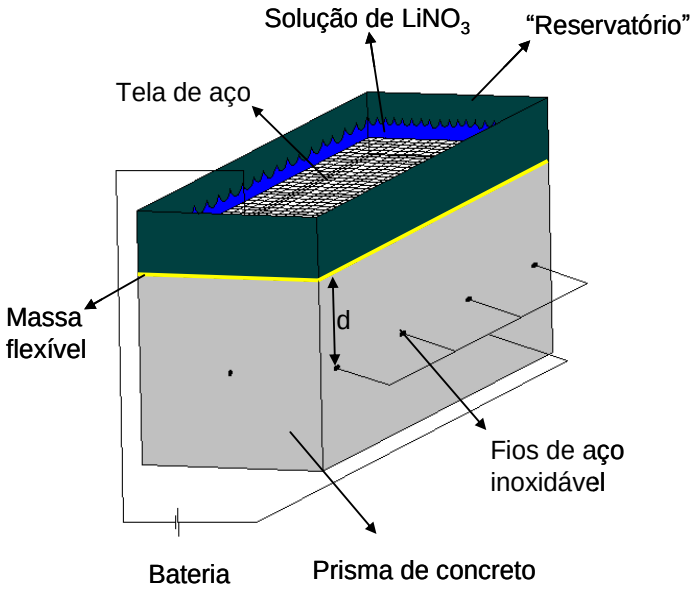

Figura 3.8 - Modelo esquemático do tratamento por impregnação eletroquímica de lítio no prisma de concreto.

As etapas do tratamento por impregnação eletroquímica de lítio foram realizadas da seguinte forma:

1) fixação de um mini-reservatório de acrílico na superfície do corpo-de-prova, por meio de silicone;
2) colocação da tela de aço inoxidável dentro do mini-reservatório;
3) conexão da tela de aço ao terminal positivo da fonte de alimentação;
4) conexão dos fios de aço ao terminal negativo da fonte de alimentação;
5) colocação da solução de $LiNO_3$;
6) cobrimento com plástico, para evitar a evaporação;
7) acionamento da fonte de alimentação, com uma ddp de 40 V;
8) coleta inicial da solução de $LiNO_3$ e a cada 3 vezes por semana durante o tratamento.

Com o objetivo de determinar a concentração de íons lítio da solução de $LiNO_3$ presente nos mini-reservatórios dos prismas, por espectrometria de absorção atômica, foi coletado um volume total de 9 ml por amostra. Como o tratamento possui quatro prismas e de forma a reduzir a quantidade de ensaios, foram coletados 9 ml do reservatório do prisma submetido à extração de concreto na forma de pó, conforme descrição abaixo, (Amostra A), e 3 ml de cada mini-reservatório dos três prismas restantes para a formação de uma única amostra de 9 ml (Amostra B).

Após os 28 dias de tratamento, foram também extraídas, em um dos quatro prismas, amostras de concreto na forma de pó para determinar a concentração de íons lítio no concreto, por espectrometria de absorção atômica. As profundidades médias de extração foram de 13 mm, 28 mm, 39 mm e 51 mm. Para cada profundidade foram necessários 8 furos para obter os 10 g necessários para as análises químicas. Após a extração, o prisma foi descartado. A Figura 3.9 mostra as etapas da extração das amostras de concreto.

Figura 3.9 - Etapas da extração do concreto na forma de pó: (a) posicionamento da furadeira, (b) extração do concreto, (c) coleta e posterior limpeza do compartimento onde ficou estocado o pó.

3.3.5.1.2 Impregnação com água

Essa condição de exposição seguiu as mesmas etapas da impregnação eletroquímica de lítio, no entanto o eletrólito utilizado foi água deionizada e não solução de $LiNO_3$.

3.3.5.1.3 Saturação superficial de lítio

Esse tratamento seguiu as etapas 1, 5, 6 e 8 do tratamento por impregnação eletroquímica de lítio. Foram extraídas também amostras de concreto na forma de pó, seguindo o mesmo procedimento descrito em 3.3.5.1.1. As profundidades médias de extração foram 14 mm, 23 mm, 38 mm e 49 mm. A Figura 3.10 mostra o tratamento por saturação superficial de lítio e água.

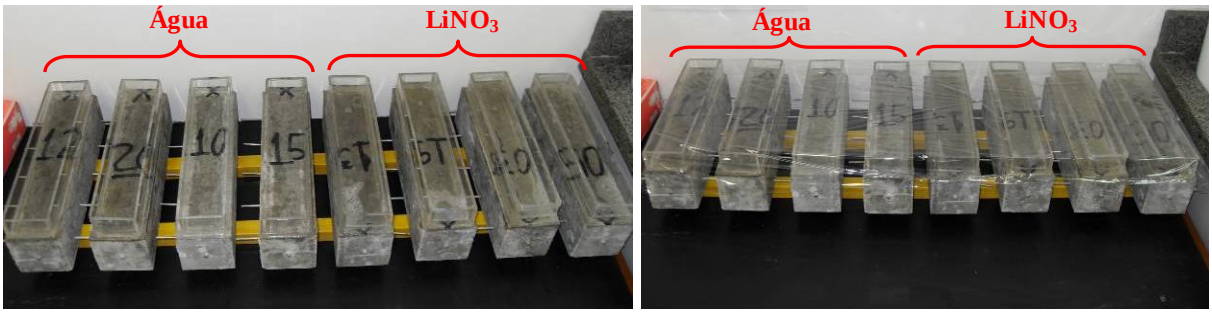

Figura 3.10 - Saturação superficial de lítio e água.

3.3.5.1.4 Saturação superficial com água

Essa condição de exposição seguiu as mesmas etapas da saturação superficial de lítio, no entanto o eletrólito utilizado foi água deionizada e não solução de $LiNO_3$.

3.3.5.1.5 Ataque em caixa de reatividade

Os prismas de concreto das condições C. R. 1 - 60°C e C. R. 2 - 60°C não foram retirados do recipiente hermeticamente fechado na idade de 6 semanas. A diferença em ambos é que os prismas C. R. 1 - 60°C possuem os 5 fios de aço inoxidável e os prismas C. R. 2 - 60°C não os possuem. Assim, os concretos após a desmoldagem ficaram na condição de ataque por todo o período dos ensaios, a saber: pré-tratamento, tratamento e pós-tratamento.

3.3.5.2 Barras de argamassa

As barras de argamassa, com exceção da condição "ataque em caixa de reatividade", foram retiradas do recipiente hermeticamente fechado aos 11 dias de idade quando apresentavam expansão média igual a 0,18%, conforme item 3.3.2. Em seguida, após o resfriamento, a superfície das barras foram limpas em água corrente e colocadas em câmara

climática (40°C ± 0,5°C e U. R. 30% ± 0,5%) para secarem por 3 dias. Após a secagem, foi mantida a U. R. de 30% ± 0,5% e a temperatura foi reduzida de 40°C para 35°C durante uma hora. Em seguida, a temperatura foi reduzida novamente de 35°C para 30°C e depois de 30°C para 25°C, mantendo o período de uma hora para cada intervalo. Após o término da redução de temperatura, as barras permaneceram na câmara climática até o dia seguinte, para estabilização, quando foram retiradas e tratadas de acordo com cada método descrito nos itens 3.3.5.2.1 a 3.3.5.2.6.

Após o término de todos os tratamentos, os corpos-de-prova retornaram para o ataque em um recipiente hermeticamente fechado, denominado de caixa de reatividade, com umidade relativa superior a 95% e temperatura constante de (60 ± 2)°C. As leituras pós-tratamento iniciaram-se um dia após a estocagem das barras na caixa de reatividade e foram realizadas 3 vezes na semana, durante 30 dias. A mudança da condição de exposição, depois do tratamento, foi adotada para evitar que o lítio, presente nas barras de argamassa tratadas, reagisse com a solução externa de NaOH ou lixiviasse parte da solução alcalina dos poros.

3.3.5.2.1 Impregnação a vácuo com lítio

Após o período de secagem pré-estabelecido, as barras destinadas à impregnação a vácuo com lítio foram colocadas dentro de uma câmara de vácuo, feita de acrílico, para o tratamento (Figura 3.11).

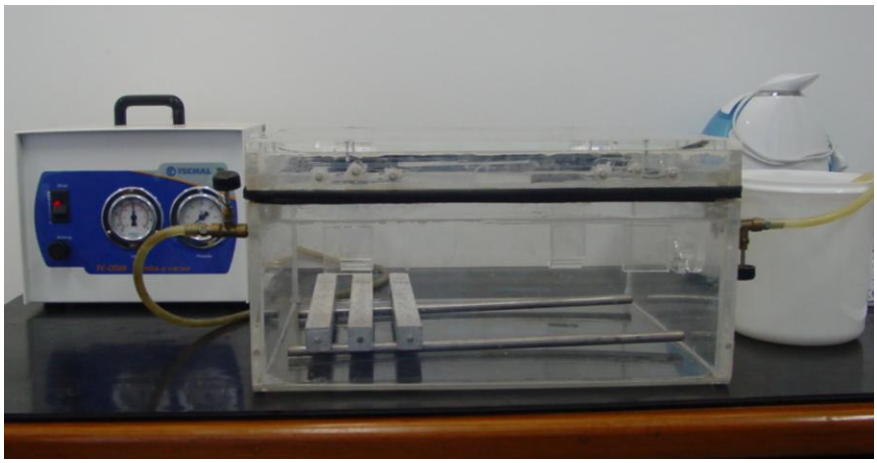

Figura 3.11 – Equipamentos para a realização do tratamento por impregnação a vácuo com lítio.

As etapas do tratamento por impregnação a vácuo com lítio foram realizadas da seguinte forma:

a) colocação das barras de argamassa no interior da câmara de vácuo;
b) aplicação do vácuo de 0,5 atm. até a sua constância;
c) introdução da solução de lítio na câmara de vácuo até as barras ficarem completamente imersas (Figura 3.12);
d) aplicação do vácuo por mais 7 hs;
e) retirada do vácuo;
f) após a retirada do vácuo os prismas permaneceram imersos em solução de $LiNO_3$ por mais seis dias e meio[12].

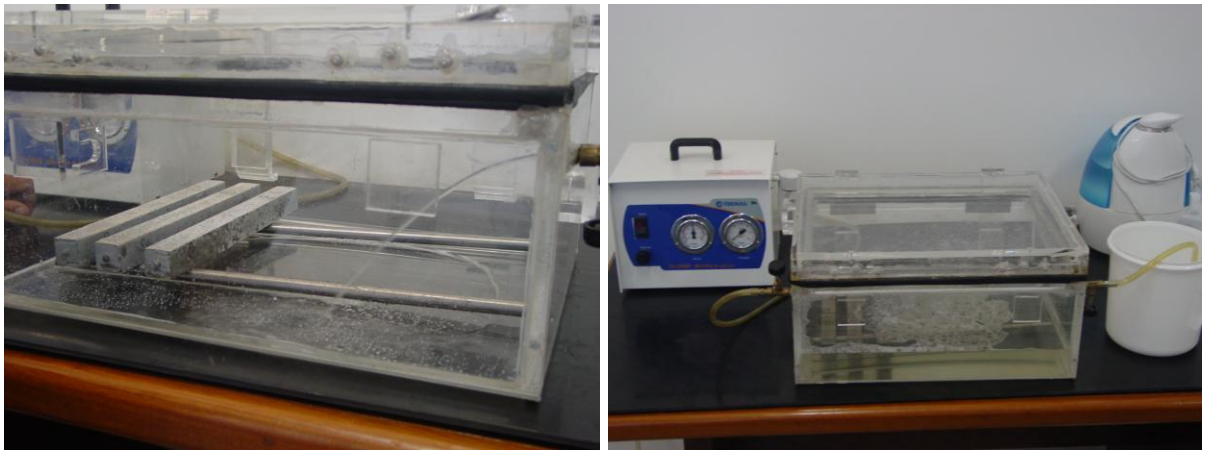

Figura 3.12 - Introdução da solução de $LiNO_3$ dentro da câmara de vácuo.

3.3.5.2.2 Saturação total em lítio

A saturação total em lítio foi realizada imergindo-se três barras de argamassa em solução de $LiNO_3$, por 7 dias, como mostra a Figura 3.13.

[12] A duração total do tratamento foi de 7 dias.

Figura 3.13 - Saturação total em lítio.

3.3.5.2.3 Saturação superficial em lítio

A saturação superficial em lítio foi realizada imergindo 5 mm das três barras de argamassa em solução de $LiNO_3$, por 7 dias, como mostra a Figura 3.14.

Figura 3.14 - Saturação superficial em lítio.

3.3.5.2.4 Imersão em água deionizada

As três barras foram submersas em água deionizada, por 7 dias, como mostra a Figura 3.15.

Figura 3.15 - Imersão em água deionizada.

3.3.5.2.5 Envolvimento em filme plástico

As três barras foram envolvidas em filme plástico, por 7 dias, como mostra a Figura 3.16.

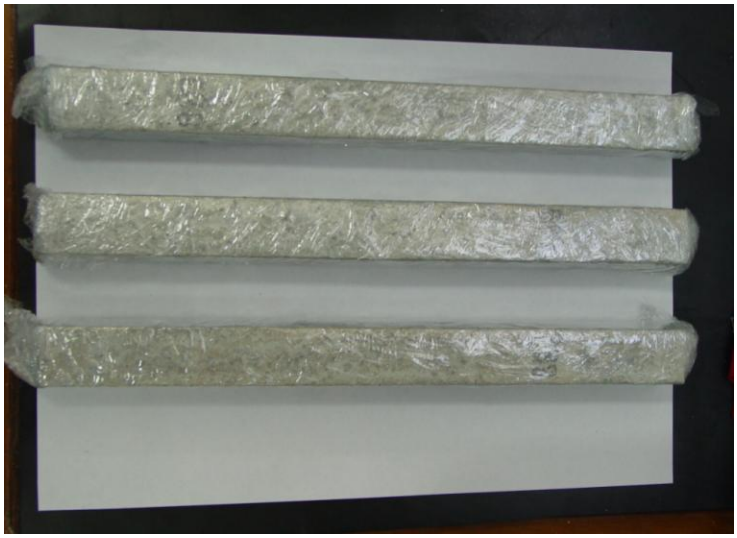

Figura 3.16 - Barras de argamassa envolvida em filme plástico.

3.3.5.2.6 Ataque em caixa de reatividade

Na idade de 23 dias, após o término de todos os tratamentos, as três barras da condição "ataque em caixa de reatividade" foram transferidas da caixa contendo uma solução aquosa de NaOH a 1 N, a 80°C, para outra caixa de reatividade com umidade relativa superior a 95% e temperatura de (60 ± 2)°C.