




Comportamento de argamassas com diferentes tipos de cimento quando induzidas à Formação de Etringita Tardia (DEF)

F. Tiecher^{1*}, M. Langoski², N. Hasparyk³

* Autor de Contato: francieli.bonsembiante@imed.edu.br

DOI: <https://doi.org/10.21041/ra.v11i3.537>

Recepção: 16/05/2021 | Aceitação: 03/08/2021 | Publicação: 01/09/2021

RESUMO

Este trabalho objetiva a avaliação de diferentes tipos de cimento frente à incidência de Formação de Etringita Tardia (DEF), através de argamassas produzidas em laboratório e expostas a alta temperatura de cura durante um período de estudo de 12 meses. A DEF representa um dos tipos de Ataque Interno de Sulfato (ISA) relacionado a uma reação química expansiva que ocorre no concreto envolvendo sulfatos do cimento. Os experimentos envolveram avaliação de expansões, resistências à compressão e à tração, e características microestruturais ao longo do tempo. Observou-se que os ensaios em argamassas exigiram um período de avaliação prolongado para distinguir os comportamentos entre os cimentos. Além disso, o cimento de alta resistência inicial apresentou o pior comportamento em relação à DEF.

Palavras-chave: etringita; DEF; expansões; propriedades mecânicas; argamassa; microestrutura.

Citar como: Tiecher, F., Langoski, M., Hasparyk, N. (2021), “Comportamento de argamassas com diferentes tipos de cimento quando induzidas à Formação de Etringita Tardia (DEF)”, Revista ALCONPAT, 11 (3), pp. 1 – 16, DOI: <https://doi.org/10.21041/ra.v11i3.537>

¹ Escola Politécnica, Mestrado em Engenharia Civil, IMED, Passo Fundo, Brazil

² Mestrado em Engenharia Civil, IMED, Passo Fundo, Brazil

³ Departamento de Durabilidade, Eletrobrás Furnas S.A., Aparecida de Goiânia, Brazil

Contribuição de cada autor

Neste trabalho a autora F. Tiecher foi responsável pela análise e discussão dos resultados e redação do artigo. O autor N. Hasparyk foi responsável pela análise em microscópio eletrônico de varredura, análise e discussão dos resultados, bem como redação do artigo. A autora M. Langoski foi responsável pela realização dos testes de laboratório.

Licença Creative Commons

Copyright (2021) é propriedade dos autores. Este trabalho é um artigo de acesso aberto publicado sob os termos e condições de uma Licença Internacional Creative Commons Atribuição 4.0 ([CC BY 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)).

Discussões e correções pós-publicação

Qualquer discussão, incluindo a resposta dos autores, será publicada no segundo número do ano 2022, desde que a informação seja recebida antes do fechamento do primeiro número do ano de 2022.

Behavior of mortars with different types of cement when induced to Delayed Ettringite Formation (DEF)

ABSTRACT

The purpose of this paper is to present an evaluation of different types of cement and the incidence of Delayed Ettringite Formation (DEF) through mortar composites cast in the laboratory and exposed to a high curing temperature over a 12-month study period. DEF represents one of the types of Internal Sulfate Attacks (ISA) related to an expansive chemical reaction that occurs inside of concrete involving the sulfates from cement. Experiments involved the assessment of expansions, compressive and tensile strengths as well as microstructural characteristics over time. It was observed that tests performed on mortars and with a specific mix required an extended evaluation period to distinguish the behaviors. Furthermore, high early-strength cement featured the worst binder when faced with DEF.

Keywords: ettringite; DEF; expansions; mechanical properties; mortar; microstructure.

Comportamiento de los morteros con diferentes tipos de cemento cuando son inducidos a la Formación de Etringita Tardía (DEF)

RESUMEN

Este trabajo tiene como objetivo evaluar diferentes tipos de cemento frente a la incidencia de la Formación de Etringita Tardía (DEF), utilizando morteros producidos en laboratorio y expuestos a una alta temperatura de curado durante un período de estudio de 12 meses. DEF representa uno de los tipos de ataque interno de sulfato (ISA) relacionado con una reacción química expansiva que ocurre en el concreto que involucra sulfatos de cemento. Los experimentos incluyeron la evaluación de las resistencias a la expansión, a la compresión y a la tracción, y las características microestructurales a lo largo del tiempo. Se observó que las pruebas en morteros requirieron un período de evaluación prolongado para distinguir los comportamientos entre los cementos. Además, el cemento de alta resistencia inicial tuvo el peor comportamiento en relación con el DEF.

Palabras clave: ettringite; DEF; expansiones; propiedades mecánicas; argamasa; microestructura.

Informações legais

Revista ALCONPAT é uma publicação trimestral da Associação Latino-Americana de Controle de Qualidade, Patologia e Recuperação de Construção, Internacional, A.C., Km. 6, antiga estrada para Progreso, Merida, Yucatán, C.P. 97310, Tel.5219997385893, alconpat.int@gmail.com, Website: www.alconpat.org

Reserva de direitos de uso exclusivo No.04-2013-011717330300-203, eISSN 2007-6835, ambos concedidos pelo Instituto Nacional de Direitos Autorais. Editor responsável: Dr. Pedro Castro Borges. Responsável pela última atualização deste número, Unidade de Informática ALCONPAT, Eng. Elizabeth Sabido Maldonado.

As opiniões expressas pelos autores não refletem necessariamente a posição do editor.

A reprodução total ou parcial do conteúdo e das imagens da publicação é realizada de acordo com o código COPE e a licença CC BY 4.0 da Revista ALCONPAT.

1. INTRODUÇÃO

A etringita primária é produzida a partir da reação de aluminatos e íons sulfato do clínquer (C3A; C4AF; SO₃) durante o processo de hidratação. No entanto, este composto torna-se instável quando as temperaturas do concreto ultrapassam 60-65°C nas primeiras horas após a moldagem. Essa situação pode ocorrer devido ao calor excessivo de hidratação gerado pela hidratação do cimento ou mesmo por processos de cura térmica, que normalmente são adotados para elementos pré-moldados na indústria. Assim, após o resfriamento, a DEF pode ocorrer (Taylor, 1997; Bauer, 2006; Ifsttar, 2018).

Vários estudos laboratoriais são apresentados na literatura, mas devido à adoção de diferentes parâmetros há dificuldade de realizar comparações precisas. Além de íons sulfato e temperatura, os principais fatores condicionantes são a presença de aluminatos e elevada umidade (Mehta; Monteiro, 2014; Neville, 2016; Kchakech et.al., 2016; Thiebaut et.al., 2018; Ramu et. al., 2021). Outros fatores influentes podem provocar a DEF mais rapidamente. Entre eles estão os tipos de materiais utilizados no concreto e as condições de exposição (Fu et.al., 1997; Leklou et.al., 2013). Em relação à exposição do concreto, a umidade é necessária para promover a DEF, além da elevação da temperatura nas primeiras horas de hidratação do cimento (Godart, 2017). Além do nível de temperatura, o tempo de permanência no pico de temperatura também influencia a taxa de cristalização da etringita (Kchakech et al., 2016; Giannini et al., 2018). Alguns pesquisadores avaliaram o efeito das adições pozolânicas (Al Shamaa et.al., 2016; Dayarathne et.al., 2013; Ramlochan et.al., 2013; Amine et.al., 2017; Asamoto et.al., 2017; Leklou et.al., 2016; Rashidi et.al., 2017), embora não tenha havido um acordo sobre essas incorporações até o momento. Algumas pesquisas apontam que a adição de pozolanas mitiga a DEF, pois reduz o aumento da temperatura do concreto durante a hidratação do cimento (Ramlochan et al. 2003; Mehta; Monteiro, 2014; Amine et al., 2017). Adições minerais também têm sido estudadas em relação à sua interação durante a hidratação do cimento (Dayarathne et.al., 2013; Amine et.al., 2017).

Alguns pesquisadores indicam um efeito benéfico das cinzas volantes (Ramlochan et.al., 2003; Dayarathne et.al., 2013; Amine et.al., 2017; Asamoto et.al., 2017; Leklou et.al., 2017), mas outros sugerem que essa adição apenas atrasa as neoformações de etringita e o processo expansivo da DEF (Schovanz, 2019; Bronholo, 2020; Schovanz et.al., 2021).

O conteúdo das pozolanas varia entre os estudos que visam mitigar a ocorrência de DEF. Alguns pesquisadores concluíram que a incorporação de 15% de cinza volante sobre a massa de cimento é adequado para prevenção (Amine et.al., 2017), enquanto outros indicam que 30% é o teor necessário (Leklou et.al., 2017). Essas diferenças geralmente estão relacionadas ao tipo e composição das adições minerais (Ramlochan et.al., 2003).

As concentrações de alguns componentes podem interferir no processo químico da DEF. Taylor et al. (2001) aponta a relação de SO₃ / Al₂O₃. No caso da substituição do cimento por cinza volante, essa relação tende a reduzir e minimizar as expansões por DEF (Ramlochan et.al., 2013; Leklou et.al., 2016).

A fabricação de cimento envolve a incorporação de diferentes tipos e teores de adições minerais, dependendo da disponibilidade local de insumos. Trata-se de uma prática global; além de reduzir o consumo de energia na produção de clínquer, existe um uso ideal de resíduos para compensar a pegada de carbono. Além disso, essa prática também pode melhorar o desempenho do concreto e a resistência a ataques químicos. A atuação do cimento de alta resistência inicial é conhecida por trazer graves danos ao concreto e é responsável por diversos casos de DEF diagnosticados em alguns elementos e estruturas no Brasil (Hasparyk et.al., 2016; Godart, 2017; Hasparyk e Kuperman, 2019). Altos teores de cimento e características físico-químicas específicas podem interferir na liberação de calor durante a hidratação (Melo et.al., 2011; Godart, 2017).

Alguns estudos de laboratório realizados em agamassas podem ser observados na literatura a favor

da DEF (Adamopoulou et.al., 2011; Dayarathne et.al., 2013; Leklou et.al., 2016). O emprego de argamassas também foi usado anteriormente para outros tipos de patologias (como reação álcali-agregado) a fim de simplificar os métodos de teste e normalizá-los.

Evidências da relação entre o C3A e a intensidade da etringita formada podem ser observadas nos estudos envolvendo argamassas de Katsioti et al. (2011). Além disso, pesquisadores como Asamoto et al. (2017) determinaram em laboratório que a DEF ocorrerá apenas na presença de teores de SO₃ acima de 3%. Adamopoulou et al. (2011) identificaram DEF prematuramente (3 meses) em argamassas que foram curadas termicamente a 50°C, embora a maioria dos estudos indique que a temperatura limite é 65°C (Al Shamaa et.al., 2016; Godart, 2017). Bronholo (2020) não detectou expansões expressivas em argamassas com cimento pozolânico quando as argamassas foram expostas a ataques combinados de DEF e RAA, ao longo de um ano. No entanto, o referido estudo mostrou, por meio de análises microestruturais, que DEF está presente nas matrizes.

O presente estudo avaliou a influência de diferentes tipos de cimento na ocorrência de DEF por meio de testes e análises laboratoriais realizados em compósitos de cimento.

2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

2.1 Materiais

O programa experimental utilizou quatro tipos diferentes de cimento Portland: Cimento de alta resistência inicial (CP V); Cimento composto com cinza volante (cerca de 9% - CP II-Z); Cimento composto com filer calcário (cerca de 6% - CP II-F); Cimento pozolânico (cerca de 24% de cinza volante - CP IV). A Tabela 1 apresenta as características químicas dos cimentos, obtidas por fluorescência de raios X, bem como sua finura por Blaine.

Tabela 1. Principais características dos cimentos

Parametro (%)	CP V	CP II-F	CP II-Z	CP IV
<i>CaO</i>	0.93	0.74	1.02	0.85
<i>SiO₂</i>	19.56	20.41	22.69	30.73
<i>Al₂O₃</i>	5.26	4.55	5.82	8.60
<i>Fe₂O₃</i>	2.87	2.12	3.07	3.83
<i>Na₂O_{eq}</i>	0.54	0.47	0.41	1.02
<i>MgO</i>	1.03	1.35	1.10	1.57
<i>SO₃</i>	2.93	2.52	1.85	0.05
<i>SO₃/Al₂O₃</i>	0.56	0.55	0.32	0.01
<i>Resíduo Insolúvel</i>	0.55	5.74	8.72	24.48
<i>Perda ao fogo</i>	4.28	8.71	6.08	5.13
<i>Finura Blaine</i>				
<i>(cm²/g)</i>	4,250	4,450	5,110	4,050

*Na₂O_{eq} = 0.658 K₂O + Na₂O.

O agregado miúdo utilizado nos experimentos possui dimensão máxima de 4.8 mm e é inócuo à reação álcali agregado (RAA), conforme ensaio acelerado de barras de argamassa (NBR 15577-4, 2018).

2.2 Procedimentos de mistura e cura

O traço empregado foi de 1: 2.275 (cimento: agregado miúdo) e a relação água-cimento de 0.485, conforme ASTM C 1012 (2018).

O procedimento e o ciclo térmico adotados para induzir a DEF foram previamente propostos por

Schovanz (2019) e Hasparyk et al. (2020). Os corpos-de-prova foram moldados e mantidos por 6 horas em sala úmida até o início do ciclo térmico (período de pré-cura). Na sequência, os corpos-de-prova foram submersos em água com aumento gradativo da temperatura de 25°C até 85°C, permanecendo nesta condição por 12 horas, seguido de resfriamento até 38°C. A taxa de aquecimento e resfriamento foi de 10°C por hora, ao longo do tempo, e até um ano (Figura 1).

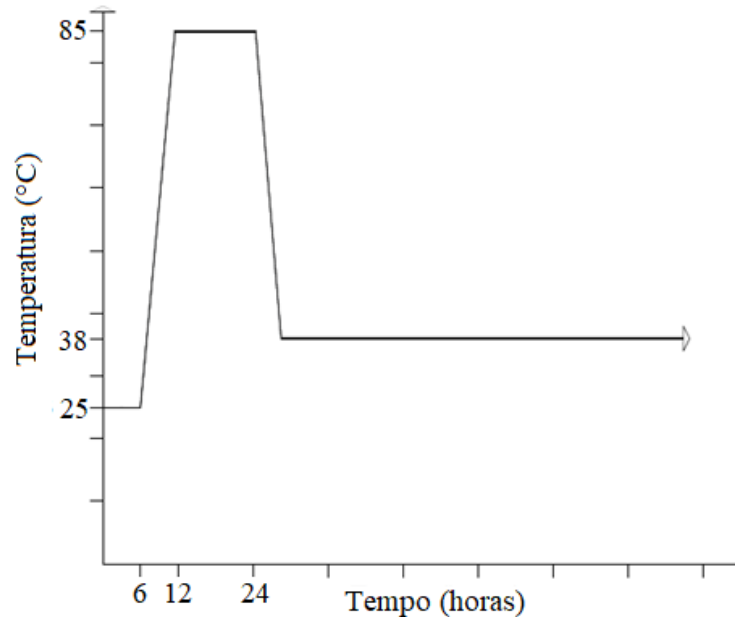


Figura 1. Ciclo térmico e ambiente de exposição

2.3 Investigações laboratoriais

Análises físicas, mecânicas e microestruturais foram realizadas para avaliar a DEF. As expansões e variações de massa foram monitoradas periodicamente com 3 prismas de argamassa para cada cimento (25x25x285 mm) durante 365 dias. Propriedades mecânicas, como resistência à compressão e resistência à tração, por compressão diametral, também foram determinadas em 4 corpos de prova cilíndricos para cada idade e cimento (50x100 mm), ao longo do tempo, pela NBR 7215 (ABNT, 2019) e NBR 7222 (ABNT, 2011), respectivamente. As análises microestruturais foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura com EDS. Amostras de fratura foram coletadas da parte interna dos espécimes após os ensaios mecânicos e foram investigadas por um detector de elétron secundário (SE).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

De acordo com a Figura 2, as expansões para as argamassas contendo cimento CP V foram muito maiores do que aquelas na presença de adições minerais. O primeiro grande aumento iniciou após 150 dias e durou até 200 dias; após isso, observou-se um período de dormência por até 260 dias, seguido de outro aumento da expansão até cerca de 300 dias. Em seguida, a taxa de expansão crescente se intensificou até 365 dias (a expansão máxima foi de 1.8%). Embora os cimentos com cinza volante (ambos, CP II-Z e CP IV) tenham produzido expansões reduzidas (abaixo de 0.10% em 365 dias), uma maior dispersão para expansões foi observada ao longo do tempo. O cimento com filer calcário (tipo CP II-F) teve um desempenho totalmente diferente dos demais. Com o tempo e até cerca de 300 dias houve pequenas expansões abaixo de 0.06%. Após este período, percebeu-se uma taxa de crescimento significativa para até 365 dias, quando a argamassa atingiu uma expansão média de 0.45%.

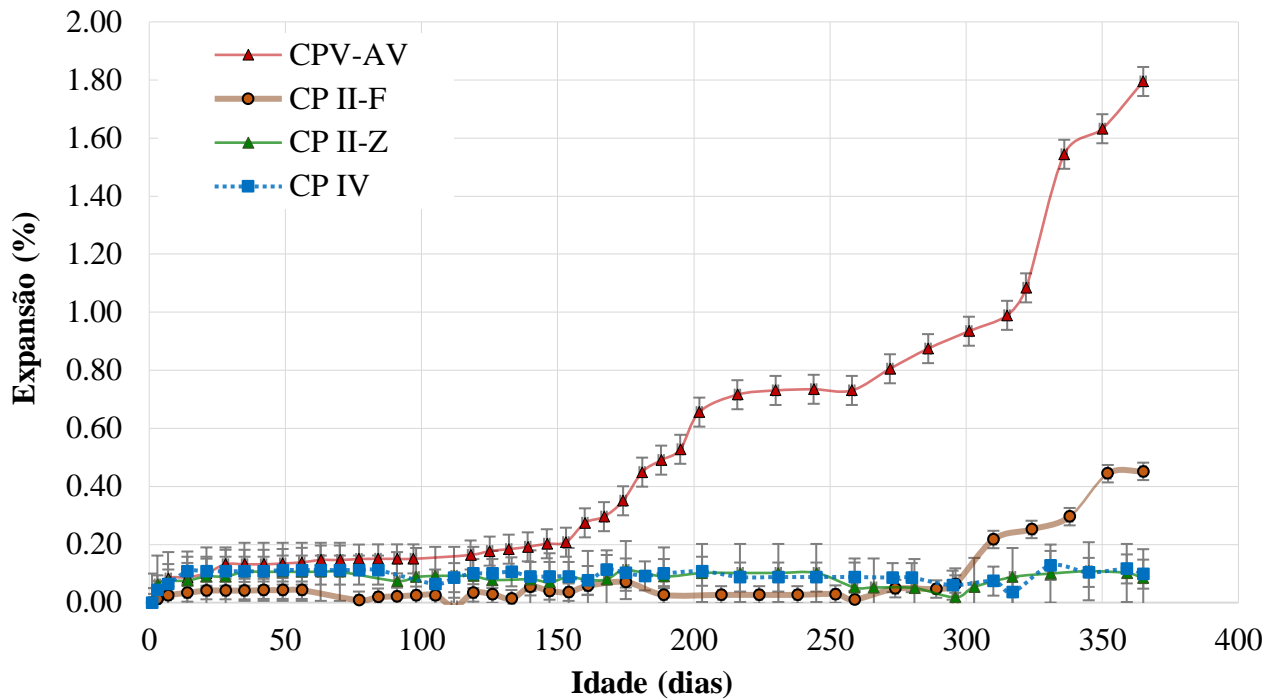


Figura 2. Expansões por DEF ao longo do tempo

A presença de cinza volante influencia os teores de Al_2O_3 e SO_3 (Tabela 1) dos cimentos, com redução significativa na relação SO_3 / Al_2O_3 , seguida de menores expansões.

De acordo com a literatura (Ramlochan et.al., 2013; Leklou et.al., 2016) esses parâmetros podem indicar um melhor desempenho do cimento com cinza volante (CP II-Z e CP IV) em relação aos cimentos sem cinza. CP V e CP II-F não contêm pozolanas, sendo que a principal diferença está relacionada à sua finura (CP V - $4,250 \text{ cm}^2 / \text{g}$; CP II-F - $4,450 \text{ cm}^2 / \text{g}$) e na presença de filler de calcário (5.74%). A finura do cimento acelera as reações de hidratação e, portanto, o calor da hidratação. Shamaa et al. (2016) já haviam apresentado o efeito do filler na cinética da reação de DEF; no entanto, evidenciaram que não é capaz de atenuar a DEF. Segundo os autores, as expansões podem aumentar e o período de latência pode ser reduzido com o aumento de partículas de filler calcário nas misturas. A reação de íons carbonato dissolvidos do filler de calcário com as fases de aluminato do cimento Portland leva à formação de carboaluminatos em oposição aos sulfoaluminatos e estabiliza a etringita que é produzida em idades precoces.

As propriedades mecânicas foram coerentes com o comportamento das expansões entre os cimentos testados. A resistência à compressão das argamassas aumentou de um mês para seis meses para todos os cimentos testados (Figura 3). Por outro lado, aos 12 meses houve uma diminuição. A queda desta propriedade em comparação aos 28 dias foi muito mais crítica para o cimento sem adição (CP V) e aquele com filler de calcário (CP II-F), 63% e 54%, para níveis de expansão de 1.79 e 0.45, respectivamente. Embora o nível de expansões do CP V tenha sido superior ao do CP II-F, a argamassa obteve maiores resistências nas primeiras idades em relação ao concreto CP II-F. Expansão acima de 0.40% são muito elevadas, impactaram as resistências e fissuraram os compósitos, como esperado (Schovanz, 2019; Bronholo, 2020).

Na presença de cinza volante, e principalmente para o CP II-Z, não foi observada queda da resistência à compressão ao longo de um ano, considerando as expansões baixas (menos de 0,10%), mas em relação aos 6 meses houve redução de quase 2% na presença deste cimento, enquanto o cimento pozolânico (CP IV) sofreu uma diminuição de cerca de 25% no mesmo período (Figura 3 e Tabela 2).

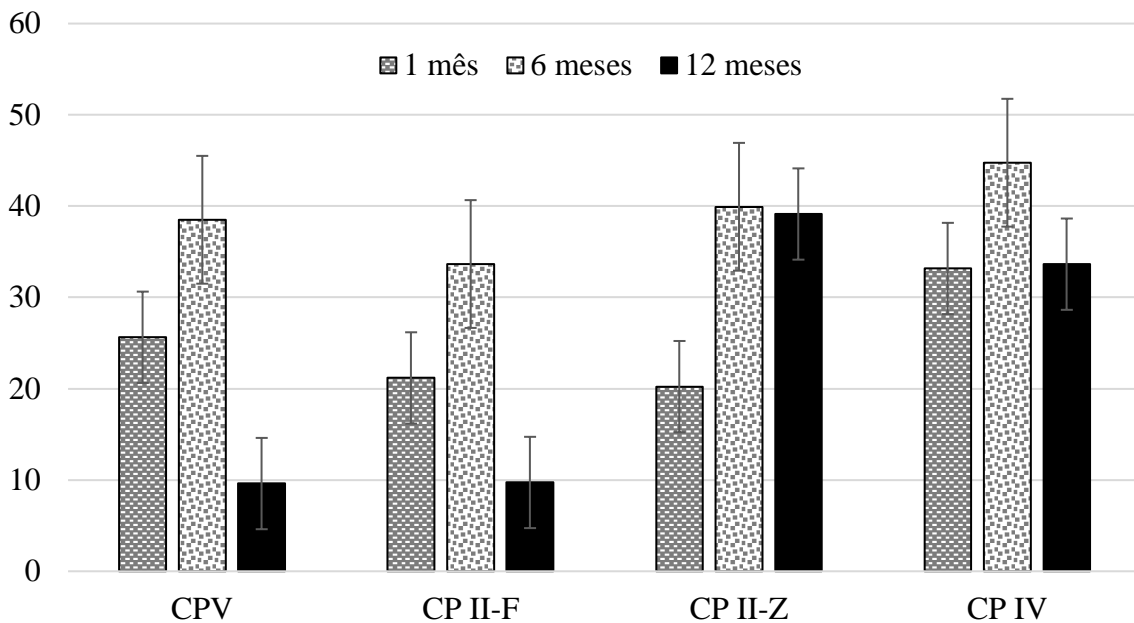


Figura 3. Resistência à compressão ao longo do tempo

Embora a resistência à compressão não seja a principal propriedade influenciada pelas reações expansivas, não é o que ocorre no caso da DEF. A microfissuração gerada pela DEF inicia-se na zona de transição interfacial (TZ), entre o cimento e o agregado, levando à influência negativa nesta propriedade, principalmente em misturas com adições pozolânicas (Taylor et. al., 2001). A autocicatrização de fissuras em compósitos cimentícios alcançada através do uso de pozolanas pode explicar o melhor desempenho dos compósitos com cinza volante em relação à resistência à compressão (Termkhajornkit et.al., 2009, Van Tittelboom e De Belie, 2013).

A resistência à tração apresentou uma sensibilidade ligeiramente maior devido às expansões do CP V (1.79%) e do CP II-F (acima de 0.45%). Aos seis meses já observou-se uma queda dessa propriedade, seguida de uma nova queda aos 12 meses. Aos seis meses, a resistência à tração teve uma redução de cerca de 9% para os dois tipos de cimento sem cinza volante. Na última idade, as argamassas com CP V e CP II-F sofreram uma redução de 68% e 57%, respectivamente (Tabela 2 e Figura 4). Alguns pesquisadores mostraram que expansões da ordem de 0.2-0.3% são capazes de afetar a resistência à tração, enquanto as resistências à compressão são influenciadas em níveis mais elevados de expansões (Giannini et al., 2018; Leklou et al., 2016).

As argamassas com cinza volante resultaram desempenho diferente, com aumento da resistência à tração até os primeiros seis meses, seguindo o comportamento da resistência à compressão, mas com o passar do tempo, e aos 12 meses, houve uma queda de 19% e 12% para o CP II -Z e CP IV, respectivamente (Figura 4). O ganho inicial na resistência à tração ocorre devido às reações pozolânicas envolvendo as adições minerais que estão presentes nestes cimentos.

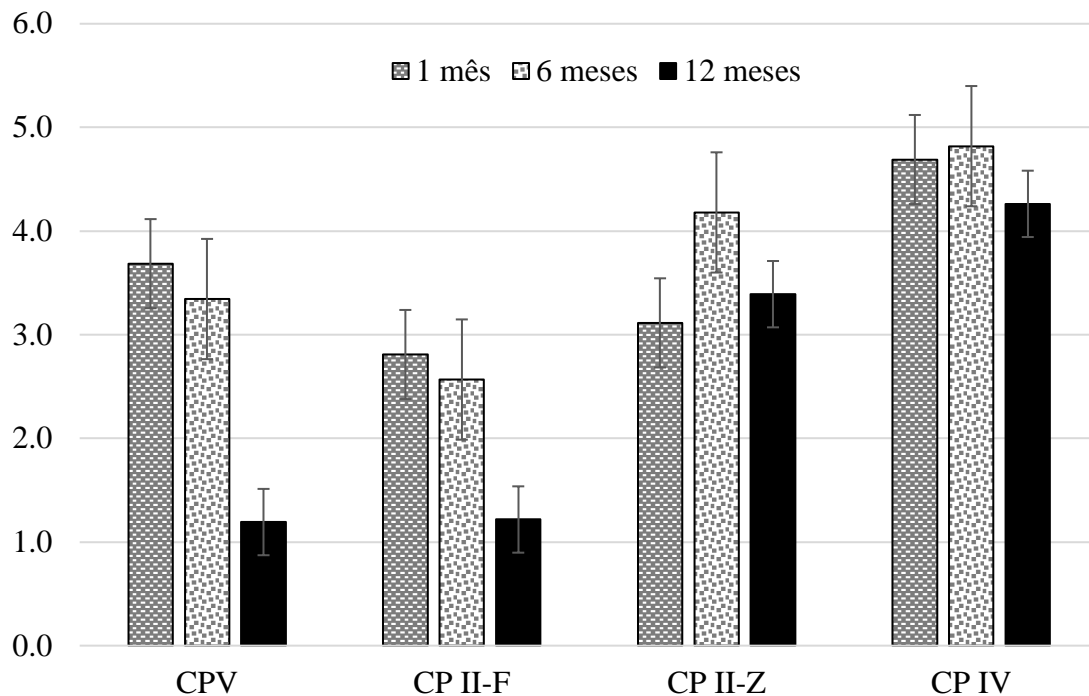


Figura 4. Resistência à tração ao longo do tempo.

Tabela 2. Comportamento das propriedades das argamassas em relação às expansões em um ano

<i>Tipo de cimento</i>	<i>Redução na resistência à compressão (%)</i>	<i>Redução na resistência à tração (%)</i>	<i>Expansão (%)</i>
CP V	-63	-68	1.79
CP II-F	-54	-57	0.45
CP II-Z	93	9	0.08
CP IV	1	-9	0.10

De acordo com a Tabela 2 fica evidente que para expansões acima de 0.45% o dano às propriedades mecânicas é muito expressivo, com reduções da ordem de 50%. Além disso, para expansões da ordem de 0.10% já existem sinais claros de um início de deterioração da DEF, uma vez que a resistência à tração tem redução de cerca de 10% em um ano. Esse reflexo negativo gera preocupação quanto ao desempenho dos concretos moldados com o cimento pozolânico em relação ao DEF. O nível de expansão não parece tão alto quanto o esperado, mas consequências mecânicas foram detectadas e a DEF foi observada por meio de análises microestruturais. Assim, para estudos de DEF em argamassas, o limite em um ano deveria ser menor. Mais pesquisas são necessárias para definir um método de teste totalmente confiável e limite de expansões.

Correlações entre as resistências e o nível de expansões são apresentadas na Figura 5 e na Figura 6. Conforme as expansões aumentam, as resistências diminuem para os cimentos CP V e CP II-F; por outro lado, não é possível estabelecer correlação na presença de cimentos com a cinza volante (CP II-Z e CP IV). Para corroborar essa afirmação, análises microestruturais foram realizadas e indicam claramente a formação de cristais de etringita nas argamassas contendo cinza volante. Amostras de argamassa de outros cimentos também foram analisadas e a DEF detectada. Nas Figuras de 7 a 10 a ocorrência de DEF pode ser observada, e alguns espectros de EDS são apresentados, confirmando a característica química das formações de etringita.

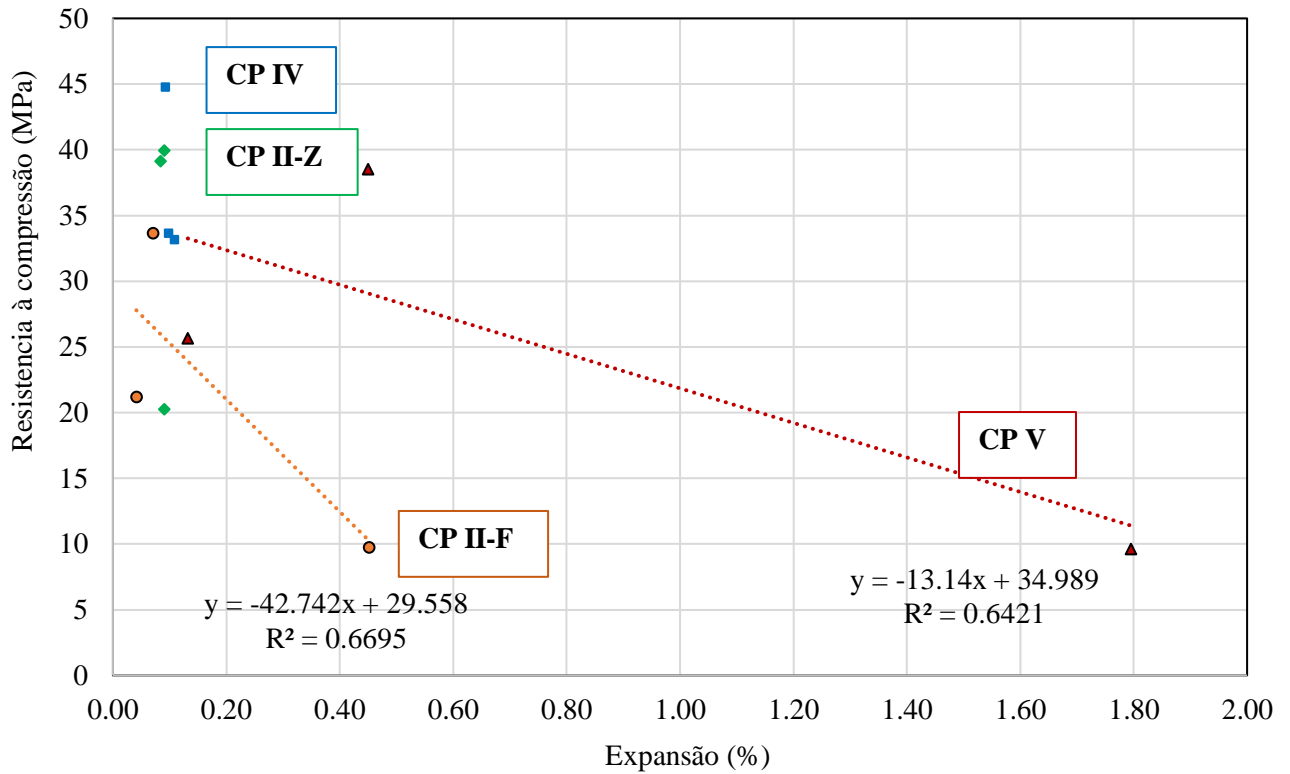


Figura 5. Correlação entre resistência à compressão e expansão

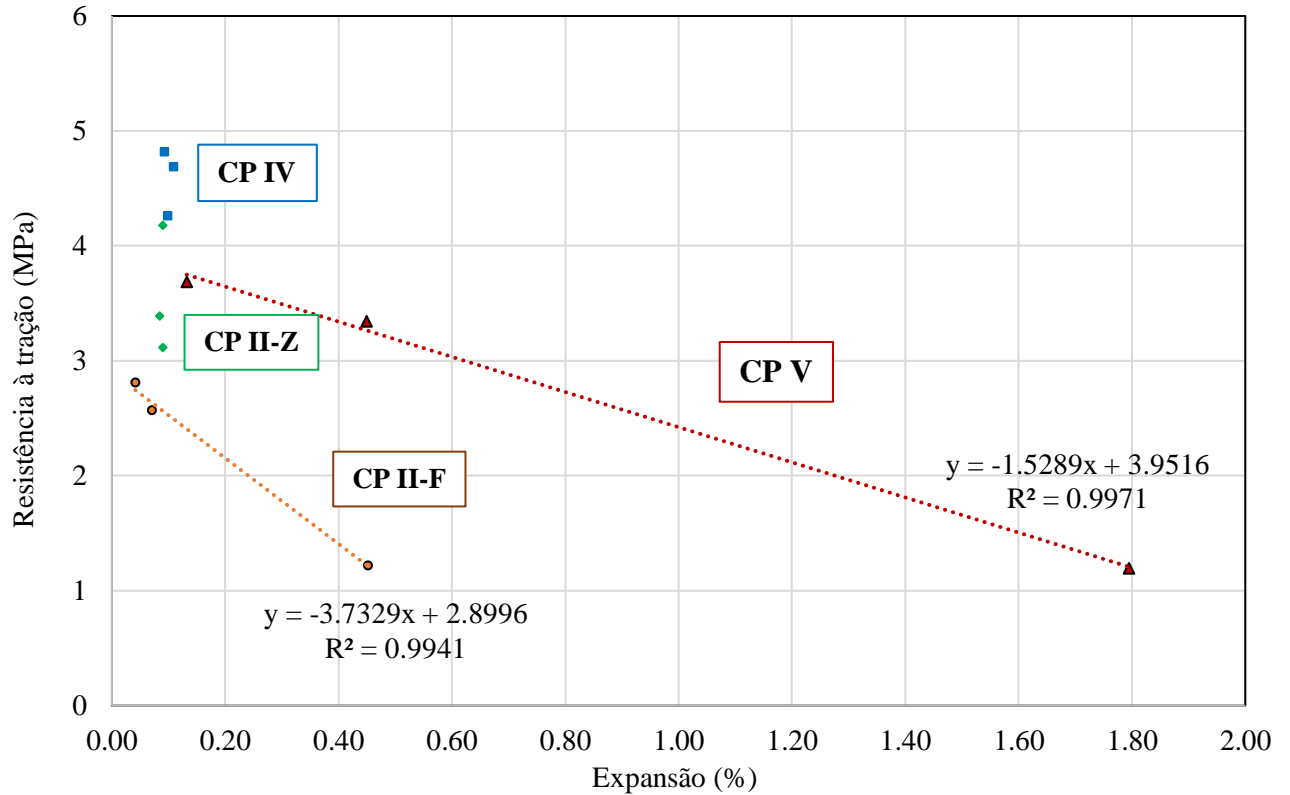


Figura 6. Correlação entre resistência à tração e expansão

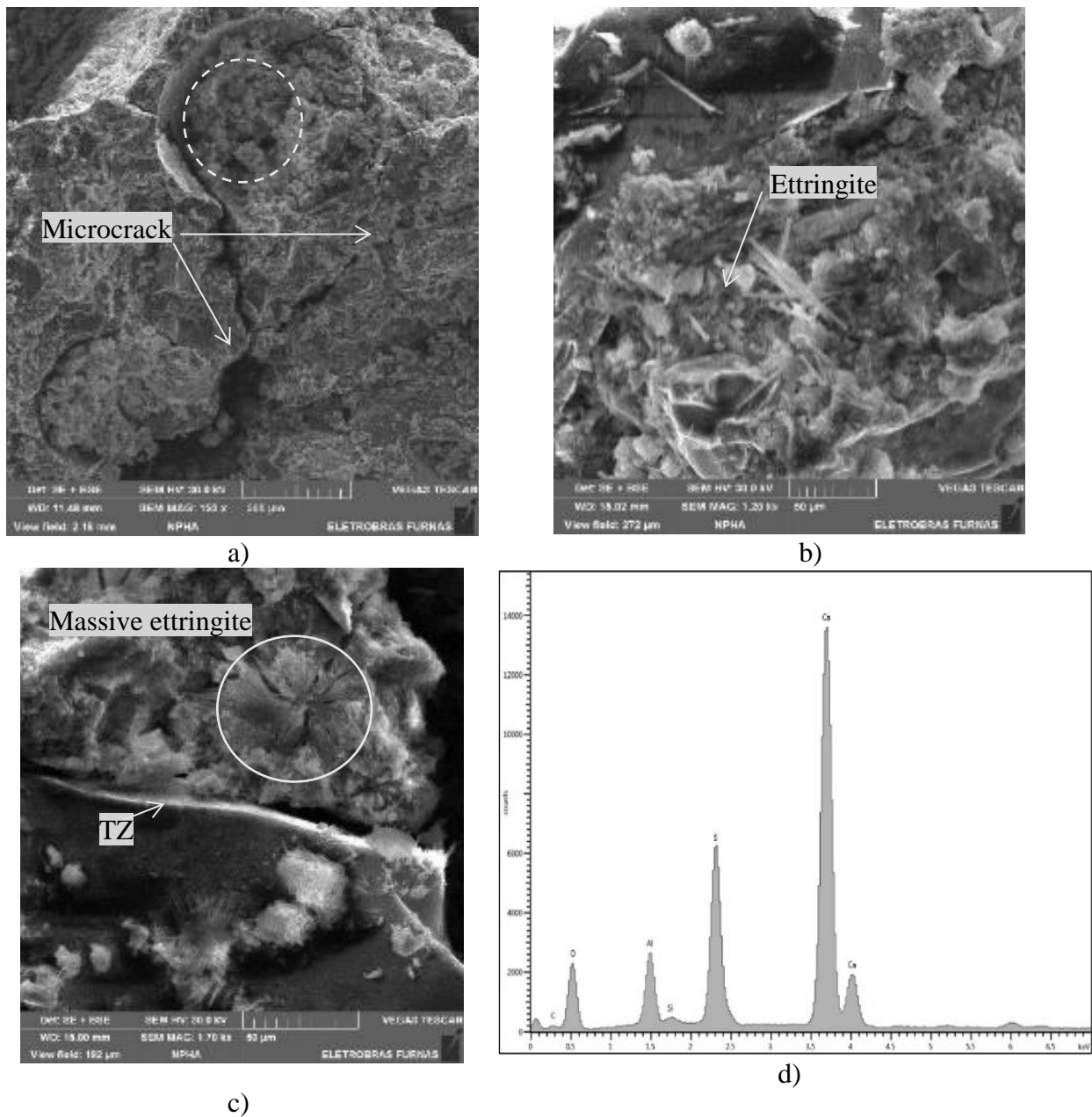


Figura 7. Micrografias de argamassas com CP V em um ano:
 a) Vazios preenchidos e intensa microfissuração; b) Pasta frágil; com formação de etringita; c) etringita maciça na pasta de cimento e zona de transição (TZ) enfraquecida; d) Espectro de EDS de cristais de etringita indicados na Fig. 7a.

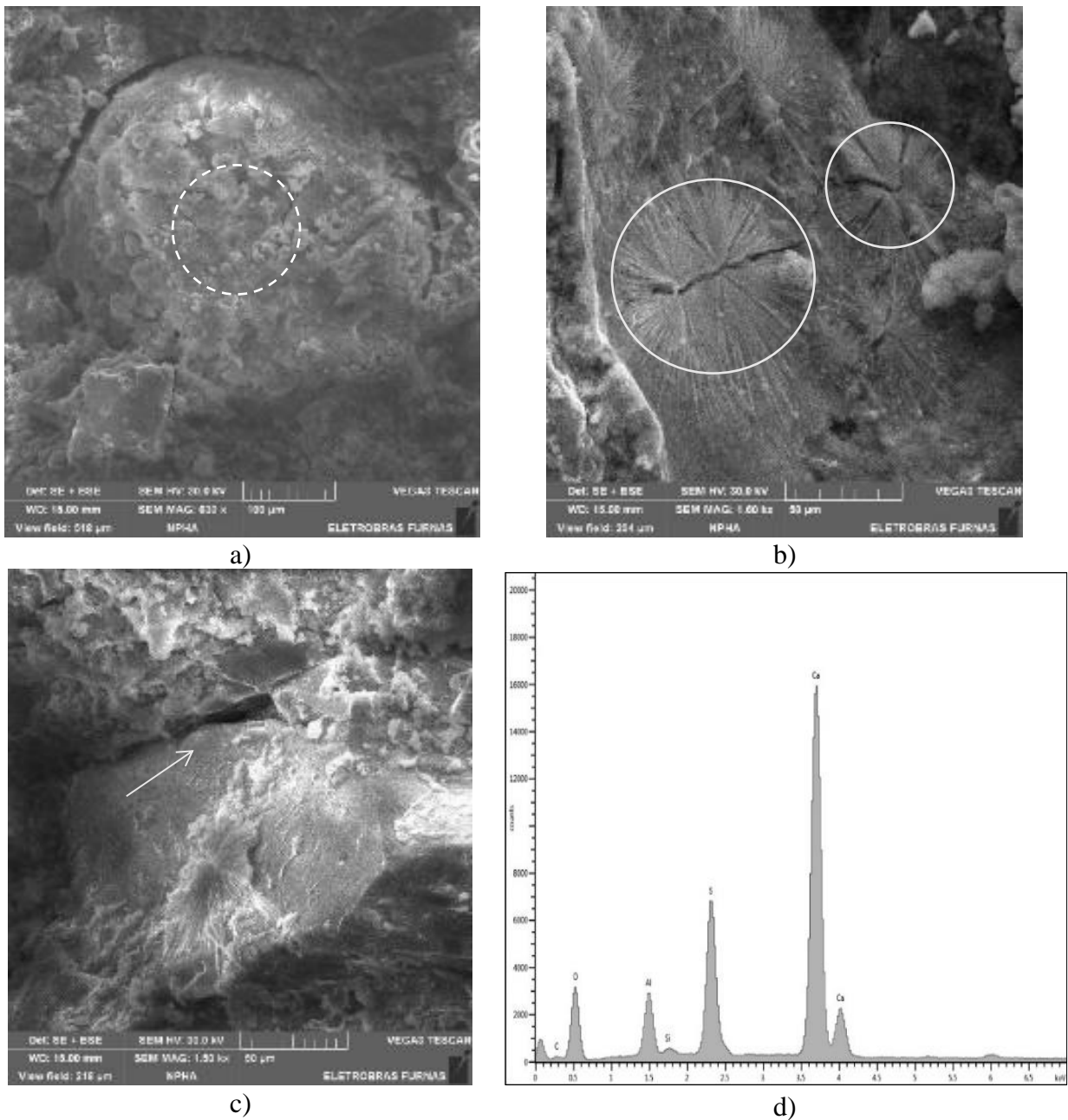


Figura 8. Micrografias de argamassas com CP II-F em um ano:
a) DEF preenchendo um vazio; b) Cristais de etringita comprimidos na pasta de cimento; c) Perda de aderência entre a pasta de cimento e o agregado e neoformações na superfície do agregado; d) Espectro de EDS de etringita massiva indicada na Fig. 8a.

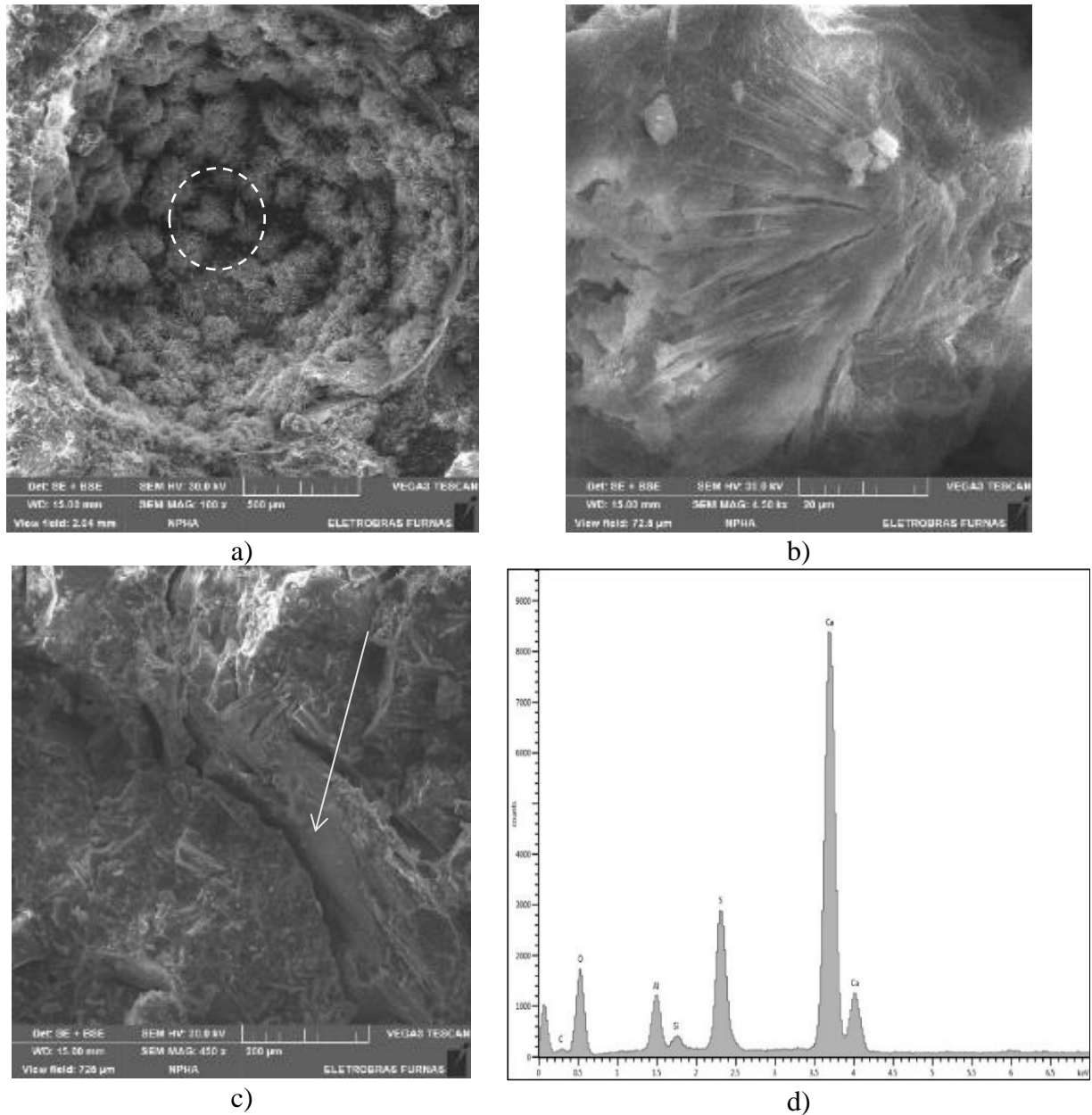


Figura 9. Micrografias de argamassas com CP II-Z em um ano:

- a) Aglomeração de etringita em um vazio; b) Formações maciças na pasta de cimento; c) Desprendimento entre pasta e agregado; d) Espectro EDS de aglomerações de etringita indicadas na Fig. 9a.

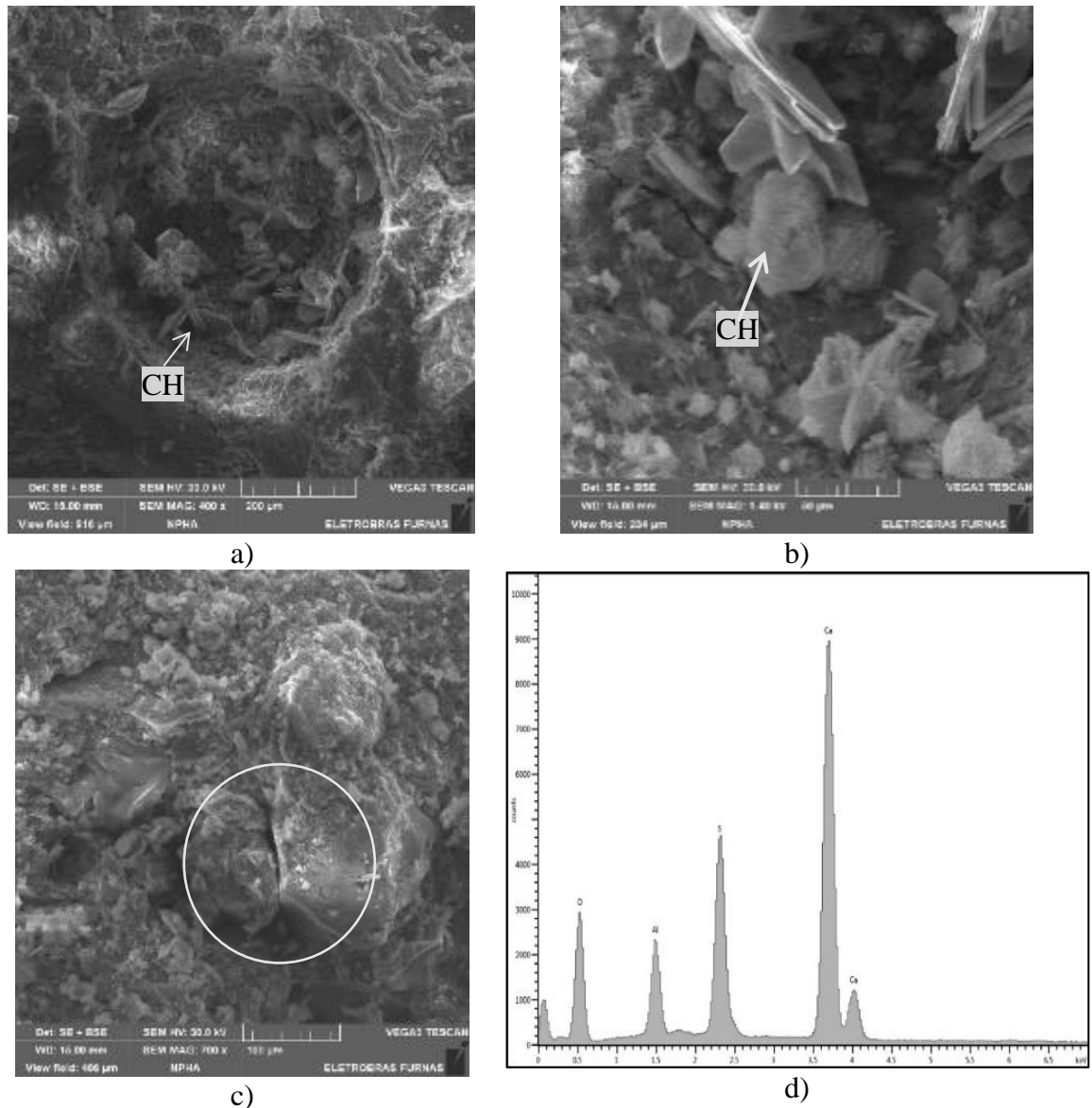


Figura 10. Micrografias de argamassas com CP IV em um ano:

- a) Cristais de hidróxido de cálcio (CH) dentro de um vazio com algumas formações de etringita;
- b) Detalhe de alguns cristais de etringita e CH;
- c) Alguns grãos de agregado desconectados da argamassa;
- d) Espectro EDS de cristais indicados na Fig. 10b.

Análises realizadas em um ano por MEV e EDS evidenciaram a presença de etringita tardia em algumas condições. É possível comparar as diferenças de cada cimento utilizado e também a magnitude das neoformações. As expansões, assim como o comportamento mecânico, podem ser explicadas pela microestrutura. Os danos de DEF para resistência à tração seguiram esta ordem decrescente: CP V; CP II-F; CP II-Z; CP IV. Do ponto de vista microestrutural, foram observadas incidências de neoformação de etringita nos vazios e pasta de cimento e fragilidade da pasta na mesma ordem. Porém, alguma perda de aderência entre pasta e agregado foi detectada em todas as amostras, independente do tipo de cimento. Além disso, para as argamassas produzidas sem cinza volante (CP V e CP II-F) a presença de neoformações de etringita foi mais significativa. O comportamento da resistência à compressão foi semelhante à resistência à tração, embora o cimento CP II-Z não tenha promovido uma queda abrupta quando comparado ao cimento CP IV em um ano. Em relação aos níveis de expansão de DEF, os maiores valores foram alcançados para o

cimento sem adição (CP V), seguido do cimento CP II-F. Além disso, os principais danos para pastas de cimento e zona de transição foram demonstrados por MEV na presença de DEF.

4. CONCLUSÕES

O presente estudo avaliou o DEF em argamassas com diferentes tipos de cimento. Os resultados do programa experimental levaram às seguintes conclusões:

- Cimentos sem cinza volante são mais sujeitos a DEF, com grandes expansões e influências negativas nas propriedades mecânicas;
- A presença de filler calcário promove uma modificação na cinética da reação, retardando o processo expansivo da DEF, mas sem mitigação;
- As misturas produzidas com cimentos contendo cinza volante tiveram melhor desempenho, com menores consequências negativas nas propriedades mecânicas, bem como menores níveis de expansão devido às propriedades de autocatização das cinzas volantes na presença de água;
- O procedimento adotado em laboratório foi capaz de induzir DEF e promover influências na integridade da pasta de cimento, incluindo a fragilidade da pasta e zonas de transição e nas propriedades mecânicas. De qualquer forma, os procedimentos de laboratório devem ser adotados com cautela para as argamassas, pois diferentes comportamentos expansivos são observados entre os cimentos testados. O cimento sem adição, de alta resistência inicial, pôde ser avaliado aos cinco meses, mas o mesmo não ocorreu para os demais tipos, apontando a necessidade de idades posteriores de avaliação, inclusive após um ano;
- Os danos por DEF induzidos às propriedades mecânicas das argamassas foram muito expressivos. Para expansões acima de 0.45%, ocorreram reduções da ordem de 50%. Além disso, para expansões de cerca de 0.10%, sinais claros de deterioração do DEF foram observados na microestrutura e resistência à tração da argamassa em um ano, mesmo na presença de cinzas volantes, sinalizando o risco de evolução de danos.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao Instituto Meridional (IMED) - Campus Passo Fundo / RS e à Fundação Meridional. Esta pesquisa contou com o apoio parcial de FURNAS CENTRAIS ELÉTRICAS S.A. Os autores também agradecem a oportunidade de participar do Projeto de P&D da ANEEL (Agência Brasileira de Energia Elétrica).

6. REFERENCIAS

- Adamopoulou, E., Pipilikaki, P., Katsiotis, M. S., Chaniotakis, M., Katsioti, M. (2011). “*How sulfates and increased temperature affect delayed ettringite formation (DEF) in white cement mortars.*” *Construction and Building Materials*, Vol. 25, pp. 3583-3590. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.03.051>
- Al Shamaa, M., Lavaud, S., Divet, L., Colliat, J.B, Nahas, G., Torrenti, J. M. (2016). “*Influence of limestone filler and of the size of the aggregates on DEF.*” *Cement Concrete Composites*, Vol. 71, pp. 175-180. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.05.007>
- Amine, Y., Leklou, N., Amiri, O. (2017). “*Effect of supplementary cementitious materials (SCM) on delayed ettringite formation in heat cured concretes.*” *Energy Procedia*, Vol. 139, pp. 565-570. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.11.254>
- Asamoto, S., Murano, K., Kurashige, I., Nanayakkara, A. (2017). “*Effect of carbonate ions on delayed ettringite formation.*” *Construction and Building Materials*, Vol. 147, pp. 221-226. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.107>

- Bronholo, J. L. (2020). *Estudo do ataque individual e misto de DEF e RAA e de seus efeitos deletérios nas propriedades físico-químicas e mecânicas de concretos e argamassas de cimento Portland pozolânico e de alta resistência*. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil – LACTEC, Curitiba, Brasil.
- Colleparidi, M. A. (2003). “*State-of-the-art review on delayed ettringite attack on concrete.*” *Cement and Concrete Composites*, Vol. 25, pp. 401-407. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(02\)00080-X](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(02)00080-X)
- Divet, L., Randriambololona, R. (1998). “*Delayed ettringite formation: the effect of temperature and basicity on the interaction of sulphate and C-S-H phase.*” *Cement and Concrete Research*, Vol. 28, pp. 357-363. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00006-4](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00006-4)
- Dayarathne, W. (2013). “*Evaluation of the potential for delayed ettringite formation in concrete.*” National Engineering Conference, Sri Lanka.
- Fu, Y., Ding, J., Beaudoin, J. J. (1997). “*Expansion of Portland cement mortar due to internal sulfate attack.*” *Cement and Concrete Research*, Vol. 27, pp. 1299-1306. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(97\)00133-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00133-6)
- Godart, B. (2017). “*Pathology, Assessment and Treatment Structures Affected by Delayed Ettringite Formation.*” *Structural Engineering International*, Vol. 27, pp. 362-369. <https://doi.org/10.2749/101686617X14881932436771>
- Hasparyk, N. P., Kuperman, S. C., Torres, J. R. (2016). “*Combined attack from ARS and DEF in the foundation.*” In: *Proceeding of 15^o International Conference on Alkali Aggregate Reaction in Concrete – 15th ICAAR*, Ed. Bernardes, H.; Hasparyk, N.P. São Paulo, 2016.
- Ifsttar (2018). “*Recommendations for preventing disorders due to Delayed Ettringite Formation*”. Merne-la-Vallée. *Technics and methods, GTI5-A*, 70 pp ISBN 978-2-85782-745-0.
- Leklou, N., Aubert, J. E., Escadeillas, G. (2013). “*Influence of various parameters on heat induced internal sulfate attack.*” *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, Vo. 17, pp. 141-153. <https://doi.org/10.1080/19648189.2012.755338>
- Leklou, N., Nguyen, V-H., Mounanga, P. (2017) “*The effect of the Partial Cement Substitution with Fly Ash on Delayed Ettringite Formation in Heat-cured Mortars*”. *Journal of Civil Engineering*, Vol. 21, pp. 1359-1366. <https://doi.org/10.1007/s12205-016-0778-9>
- Martin, R.-P., Sanchez, L., Founier, B., Toutlemonde, F. (2016). “*Diagnosis of AAR and DEF: Comparison of residual expansion, stiffness test and damage rating index*”. *International Conference on Alkali Aggregate Reaction in Concrete - ICAAR*.
- Melo, et al. (2011) “*Influência do calor de hidratação na formação da etringita tardia (DEF) em concreto com cimento Portland pozolânico*”. 53^o Congresso Brasileiro do Concreto – IBRACON, Brasil.
- Pavoine, A., Brunetaud, X., Divet, L. (2012). “*The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation.*” *Cement and Concrete Composites*, Vol. 34, pp. 521-528. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.11.012>
- Ramlochan, T., Zacarias, P., Thomas, M. D. A., Hooton, R. D. (2003) “*The effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature Part I: Expansive Behavior*”. *Cement and Concrete Research*, Vol. 33, pp. 807-814. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.016>
- Rashidi, M., Paul, A., Kim, J. Y., Jacobs, L. J., Kurtis, K. E. (2017) “*Insights into delayed ettringite formation damage through acoustic nonlinearity.*” *Cement and Concrete Research*, Vol. 95, pp. 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.004>
- Schovanz, D. (2019). “*Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em concretos com cimento Portland pozolânico e de alta resistência*”. Dissertação de Mestrado em engenharia civil – Faculdade IMED, Passo Fundo, Brasil.

- Schovanz, D., Tiecher, F., Hasparyk, N. P., Kuperman, S., Lermen, R. T. (2021). *Evaluation of Delayed Ettringite Formation through Physical, Mechanical, and Microstructural Assays*. ACI Materials Journal, Vol. 119, pp. 101-109. <https://doi.org/10.14359/51728282>
- Taylor, H. F., Famy, C., Scrivener, K. L. (2001). “*Delayed ettringite formation.*” Cement Concrete Composites, Vol. 31, pp. 683-693. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00466-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00466-5)
- Termkhajornkit, P., Nawa, T., Yamashiro, Y., Saito, T. “*Self-healing ability of fly ash–cement systems*”. Cement and Concrete Research, Vol. 31, pp. 195-203. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.12.009>
- Van Tittelboom, K., De Belie, N. (2013). “*Self-healing in cementitious materials – A review.*” Materials, Vol. 6, n° 6, pp. 2182-2217. <https://doi.org/10.3390/ma6062182>