

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

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

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

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

Recepción: 16/05/2021 | Aceptación: 03/08/2021 | Publicación: 01/09/2021

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: etringite; DEF; expansiones; propiedades mecánicas; argamasa; microestructura.

Citar como: Tiecher, F., Langoski, M., Hasparyk, N. (2021), “Comportamiento de morteros con diferentes tipos de cemento si son inducidos a la Formación de Etringita Tardía (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

Contribución de cada autor

En este trabajo, el autor F. Tiecher se encargó de analizar y discutir los resultados y redactar el artículo. El autor N. Hasparyk fue responsable del análisis del microscopio electrónico de barrido, el análisis y la discusión de los resultados, así como de la redacción del artículo. El autor M. Langoski fue el encargado de realizar las pruebas de laboratorio.

Licencia Creative Commons

Los derechos de autor (2021) son propiedad de los autores. Este trabajo es un artículo de acceso abierto publicado bajo los términos y condiciones de una licencia internacional Creative Commons Attribution 4.0 International License ([CC BY 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)).

Discusiones y correcciones posteriores a la publicación

Cualquier discusión, incluyendo la réplica de los autores, se publicará en el segundo número del año 2022 siempre y cuando la información se reciba antes del cierre del primer número del año 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.

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

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.

Información Legal

Revista ALCONPAT es una publicación cuatrimestral de la Asociación Latinoamericana de Control de Calidad, Patología y Recuperación de la Construcción, Internacional, A. C., Km. 6, antigua carretera a Progreso, Mérida, Yucatán, C.P. 97310, Tel.5219997385893, alconpat.int@gmail.com, Página Web: www.alconpat.org

Reserva de derechos al uso exclusivo No.04-2013-011717330300-203, eISSN 2007-6835, ambos otorgados por el Instituto Nacional de Derecho de Autor. Editor responsable: Dr. Pedro Castro Borges. Responsable de la última actualización de este número, Unidad de Informática ALCONPAT, Ing. Elizabeth Sabido Maldonado.

Las opiniones expresadas por los autores no necesariamente reflejan la postura del editor.

La reproducción total o parcial de los contenidos e imágenes de la publicación se realiza en apego al código COPE y a la licencia CC BY 4.0 de la Revista ALCONPAT.

1. INTRODUCCIÓN

La Etringita primaria se produce a partir de la reacción de aluminatos y iones de sulfato del clínker (C3A; C4AF; SO₃) durante el proceso de hidratación. Sin embargo, este compuesto se vuelve inestable cuando las temperaturas del hormigón ultrapasan los 60-65°C en las primeras horas tras el moldado. Esa situación se puede dar debido al calor excesivo de hidratación generada por la hidratación del cemento o incluso por procesos de curado térmico, que normalmente son adoptados para elementos premoldeados en la industria. De esta forma, tras el resfriado, la DEF puede darse (Taylor, 1997; Bauer, 2006; Ifsttar, 2018).

Varios estudios laboratoriales se presentan en la literatura, pero debido a la adopción de diferentes parámetros hay dificultad de realizar comparaciones precisas. Además de los iones de sulfato y de la temperatura, los principales factores condicionantes son la presencia de aluminatos y la elevada humedad (Mehta; Monteiro, 2014; Neville, 2016; Kchakech et.al., 2016; Thiebaut et.al., 2018; Ramu et.al., 2021).

Otros factores influyentes pueden provocar la DEF de forma más rápida. Entre ellos están los tipos de materiales utilizados en el hormigón y las condiciones de exposición (Fu et.al., 1997; Leklou et.al., 2013). Con relación a la exposición del hormigón, la humedad es necesaria para favorecer la DEF, además de la elevación de la temperatura en las primeras horas de hidratación del cemento (Godart, 2017). Asimismo, el nivel de temperatura y el tiempo de permanencia en el pico de esta también influye en la tasa de cristalización de la Etringita (Kchakech et al., 2016; Giannini et al., 2018). Algunos investigadores evaluaron el efecto de las adiciones puzolánicas (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), aunque no haya habido un acuerdo sobre esas incorporaciones hasta el momento. Algunas investigaciones apuntan que la adición de puzolanas mitiga la DEF, pues reduce el aumento de la temperatura del hormigón durante la hidratación del cemento. (Ramlochan et al. 2003; Mehta; Monteiro, 2014; Amine et al., 2017). De la misma manera, se han estudiado adiciones minerales con relación a su interacción durante la hidratación del cemento (Dayarathne et.al., 2013; Amine et.al., 2017).

Algunos investigadores indican un efecto benéfico de las cenizas volantes (Ramlochan et.al., 2003; Dayarathne et.al., 2013; Amine et.al., 2017; Asamoto et.al., 2017; Leklou et.al., 2017), pero otros sugieren que esa adición apenas atrasa las neoformaciones de Etringita y el proceso expansivo de la DEF (Schovanz, 2019; Bronholo, 2020; Schovanz et.al., 2021).

El contenido de las puzolanas varía entre los estudios que tienen como objetivo mitigar la aparición de DEF. Algunos investigadores concluyeron que la incorporación del 15% de ceniza volante sobre la masa de hormigón es adecuado para la prevención (Amine et. al., 2017), mientras que otros indican que el 30% es el contenido necesario (Leklou et.al., 2017). Esas diferencias generalmente están relacionadas al tipo y composición de las acciones minerales (Ramlochan et.al., 2003).

Las concentraciones de algunos componentes pueden interferir en el proceso químico de la DEF. Taylor et al. (2001) apuntan la relación de SO₃ / Al₂O₃. En el caso de la sustitución del cemento por ceniza volante, esa relación tiende a reducirse y a minimizar las expansiones por DEF (Ramlochan et.al., 2013; Leklou et.al., 2016).

La fabricación de hormigón conlleva la incorporación de diferentes tipos y contenidos de adiciones minerales, dependiendo de la disponibilidad local de insumos. Se trata de una práctica global; además de reducir el consumo de energía en la producción de clínker, existe un uso ideal de residuos para compensar la huella de carbono. Además de eso, esta práctica también puede mejorar el desempeño del hormigón y la resistencia a ataques químicos. La actuación del hormigón de alta resistencia inicial es conocida por traerle graves daños y es responsable por diversos casos de DEF diagnosticados en algunos elementos y estructuras en Brasil (Hasparyk et.al., 2016; Godart, 2017; Hasparyk e Kuperman, 2019). Altos contenidos de cemento y características físicoquímicas

específicas pueden interferir en la liberación de calor durante la hidratación (Melo et.al., 2011; Godart, 2017).

Algunos estudios de laboratorio realizados en argamasas pueden ser observados en la literatura a favor de la DEF (Adamopoulou et.al., 2011; Dayarathne et.al., 2013; Leklou et.al., 2016). El uso de argamasas también fue usado anteriormente para otros tipos de patologías (como reacción álcali agregada) a fin de simplificar los métodos de prueba y normalizarlos.

Evidencias de la relación entre el C3A y la intensidad de la Etringita formada pueden ser observadas en los estudios involucrando argamasas de Katsioti et al. (2011). Además de eso, investigadores como Asamoto et al. (2017) determinaron en laboratorio que la DEF ocurrirá a penas en la presencia de contenidos de SO₃ por encima del 3%. Adamopoulou et al. (2011) identificaron DEF prematuramente (3 meses) en argamasas que habían sido curadas térmicamente a 50°C, aunque la mayoría de los estudios indique que la temperatura límite es de 65°C (Al Shamaa et.al., 2016; Godart, 2017). Bronholo (2020) no detectó expansiones expresivas en argamasas con cemento puzolánico cuando se expusieron las argamasas a ataques combinados de DEF y RAA, a lo largo de un año. Sin embargo, el citado estudio mostró, por medio de análisis microestructurales, que la DEF está presente en las matrices.

El presente estudio evaluó la influencia de diferentes tipos de cemento en el surgimiento de la DEF por medio de prueba y análisis laboratoriales realizados en compuestos de hormigón.

2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

El programa experimental utilizó cuatro tipos diferentes de cemento Portland: cemento de alta resistencia inicial (CP V); cemento compuesto con ceniza volante (cerca del 9% - CP II-Z); cemento compost con filler calcáreo (cerca del 6% - CP II-F); cemento puzolánico (cerca del 24% de ceniza volante - CP IV). La Tabla 1 presenta las características químicas de los cementos, obtenidas por fluorescencia de rayos X, así como su finura por Blaine.

Tabla 1. Principales características de los cementos

Parámetro (%)	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>Residuo Insoluble</i>	0.55	5.74	8.72	24.48
<i>Pérdida al fuego</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.

El agregado menudo utilizado en los experimentos posee una dimensión máxima de 4.8 mm y es inocuo a la reacción álcali agregada (RAA), conforme el ensayo acelerado de barras de argamasa (NBR 15577-4, 2018).

2.2 Procedimientos de mezcla y curado

El trazo empleado fue de 1: 2.275 (cemento: agregado menudo) y la relación agua-cemento de 0.485, conforme ASTM C 1012 (2018).

El procedimiento es el ciclo térmico adoptado para inducir la DEF previamente propuestos por Schovanz (2019) y Hasparyk et al. (2020). Los cuerpos de prueba se moldaron y mantuvieron por 6 horas en una sala húmeda hasta el inicio del ciclo térmico (período de precurado). A continuación, los cuerpos de prueba se sumergieron en agua con aumento gradual de la temperatura de 25°C hasta 85°C, permaneciendo en esta condición por 12 horas, siguiendo con el resfriado hasta los 38°C. La tasa de calentamiento y resfriado fue de 10°C por hora, a lo largo del tiempo, y hasta un año (Figura 1).

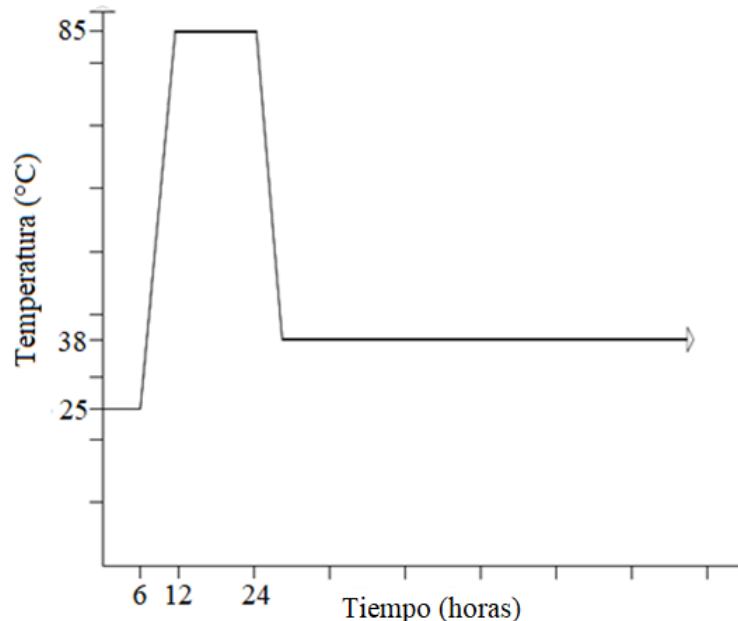


Figura 1. Ciclo térmico y ambiente de exposición.

2.3 Investigaciones en laboratorio

Se realizaron análisis físicos, mecánicos y microestructurales para evaluar la DEF. Las expansiones y variaciones de masa fueron monitoreadas periódicamente con 3 prismas de argamasa para cada hormigón (25x25x285 mm) durante 365 días. Del mismo modo, se determinaron las propiedades mecánicas, como resistencia a la compresión y resistencia a la tracción, por compresión diametral, en 4 cuerpos de prueba cilíndricos para cada edad y hormigón (50x100 mm), a lo largo del tiempo, por la NBR 7215 (ABNT, 2019) y la NBR 7222 (ABNT, 2011), respectivamente. Los análisis microestructurales se realizaron en microscopio electrónico de barrido con EDS. Se recogieron muestras de fractura de la parte interna de los especímenes tras los ensayos mecánicos y se investigaron por un detector de electrón secundario (SE).

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

De acuerdo con la Figura 2, las expansiones para las argamasas conteniendo cemento CP V fueron mucho mayores que aquellas en la presencia de adiciones minerales. El primer gran aumento se inició después de 150 días y duró hasta 200 días; pasado ese tiempo, se observó un periodo de letargo de hasta 260 días, seguido de otro aumento de la expansión por cerca de 300 días. Rápidamente, la tasa de expansión creciente se intensificó hasta 365 días (la expansión máxima fue del 1.8%). Aunque los cementos con ceniza volante (ambos, CP II-Z y CP IV) hayan producido expansiones reducidas (por debajo del 0.10% en 365 días), se observa una mayor dispersión para

expansiones a lo largo del tiempo. El hormigón con filler calcáreo (tipo CP II-F) tuvo un desempeño totalmente diferente de los demás. Con el tiempo y hasta cerca de 300 días hubo pequeñas expansiones por debajo del 0.06%. Tras este periodo, se percibió una tasa de crecimiento significativa de hasta 365 días, cuando la argamasa alcanzó una expansión media del 0.45%.

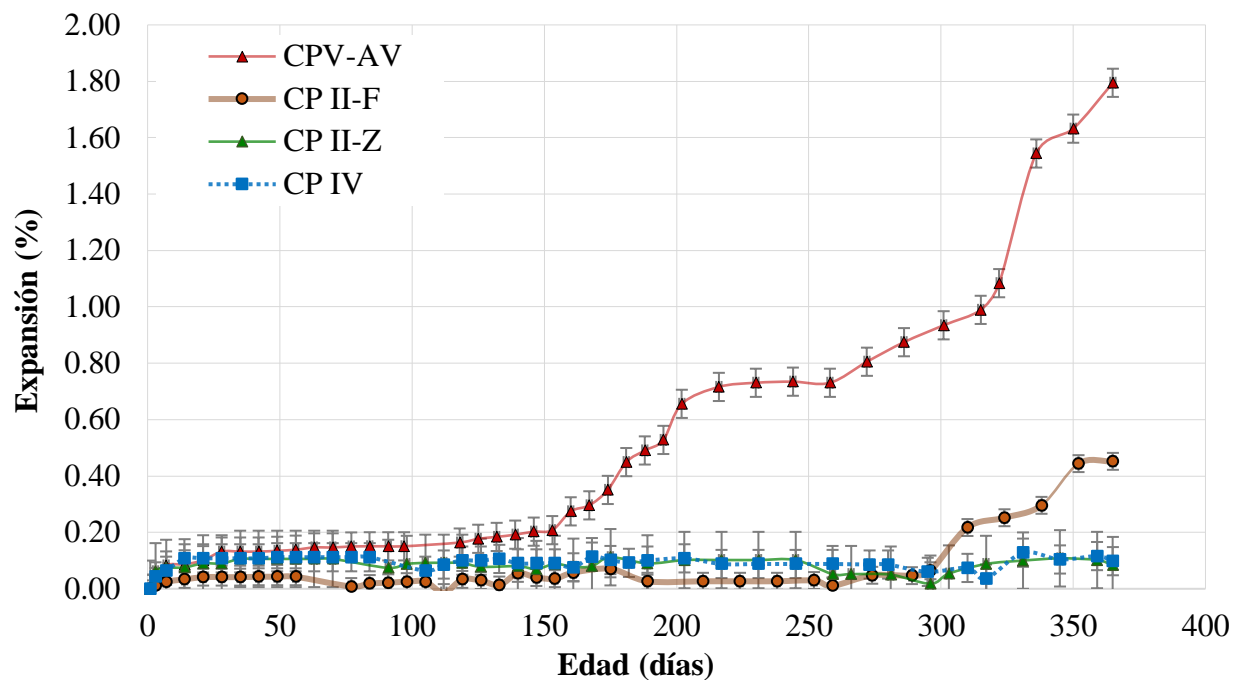


Figura 2. Expansiones por DEF a lo largo del tiempo.

La presencia de ceniza volante influye en el contenido de Al_2O_3 e SO_3 (Tabla 1) de los cementos, con reducción significativa en la relación SO_3 / Al_2O_3 , seguida de menores expansiones.

De acuerdo con la literatura (Ramlochan et.al., 2013; Leklou et.al., 2016) esos parámetros pueden indicar un mejor desempeño del cemento con ceniza volante (CP II-Z e CP IV) con relación a los hormigones sin ceniza. CP V y CP II-F no contiene puzolanas, siendo que la principal diferencia está relacionada a su finura (CP V - $4,250 \text{ cm}^2 / \text{g}$; CP II-F - $4,450 \text{ cm}^2 / \text{g}$) y a la presencia de filler de calcáreo (5.74%). La finura del cemento acelera las reacciones de hidratación y, por tanto, el calor de la hidratación. Shamaa et al. (2016) ya habían presentado el efecto del filler en la cinética de la reacción de la DEF; sin embargo, comprobaron que no es capaz de atenuar la DEF. Según los autores, las expansiones pueden aumentar y el periodo de latencia puede reducirse con el aumento de partículas de filler calcáreo en las mezclas. La reacción de iones carbonato disueltos del filler de calcáreo con las fases de aluminato del cemento Portland lleva a la formación de carboaluminatos en oposición a los sulfoaluminatos y estabiliza la Etringita que se produce en edades precoces.

Las propiedades mecánicas fueron coherentes con el comportamiento de las expansiones entre los cementos testados. La resistencia a la compresión de los morteros aumentó de un mes para seis meses para todos los hormigones testados (Figura 3). Por otro lado, a los 12 meses hubo una disminución. Dicha reducción de esta propiedad en comparación a los 28 días fue mucho más crítica para el cemento sin adición (CP V) y aquel con filler de calcáreo (CP II-F), el 63% y el 54%, para niveles de expansión de 1.79 y 0.45, respectivamente. Aunque el nivel de expansiones del CP V haya sido superior al del CP II-F, la argamasa obtuvo mayores resistencias en las primeras edades con relación al hormigón CP II-F. Expansiones por encima del 0.40% son muy elevadas, impactando en las resistencias y fisurando los composites, como era esperado (Schovanz, 2019; Bronholo, 2020).

En la presencia de ceniza volante, y principalmente para o CP II-Z, no se observó una disminución de la resistencia a la compresión a lo largo de un año, considerando las expansiones bajas (menos del 0,10%), pero con relación a los 6 meses hubo una reducción del casi 2% en la presencia de este cemento, mientras que el cemento puzolánico (CP IV) sufrió una disminución de cerca del 25% en el mismo periodo (Figura 3 y Tabla 2).

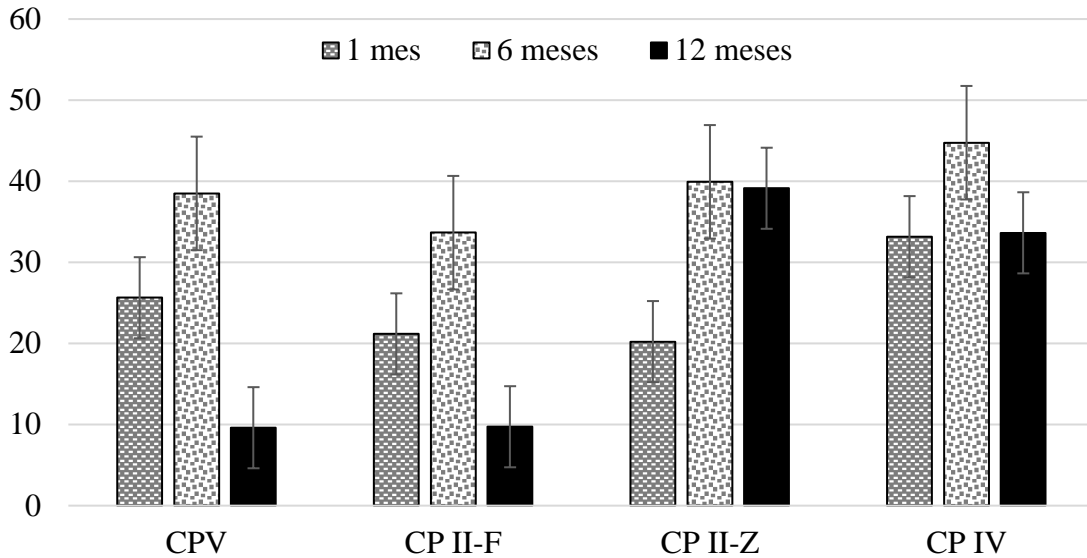


Figura 3. Resistencia a la compresión a lo largo del tiempo.

Aunque la resistencia a la compresión no sea la principal propiedad influenciada por las reacciones expansivas, no es lo que ocurre en el caso de la DEF. La microfisura generada por la DEF se inicia en la zona de transición interfacial (TZ), entre el cemento y el agregado, llevando a la influencia negativa en esta propiedad, principalmente en mezclas con adiciones puzolánicas (Taylor et. al., 2001). La autocicatrización de fisuras en compositos cementicios alcanzada a través del uso de puzolanas puede explicar el mejor desempeño de los compositos con ceniza volante con relación a la resistencia a la compresión (Termkhajornkit et.al., 2009, Van Tittelboom e De Belie, 2013).

La resistencia a la tracción presentó una sensibilidad ligeramente mayor debido a las expansiones del CP V (1.79%) y del CP II-F (por encima del 0.45%). A los seis meses ya se observó una disminución de esa propiedad, seguida de una nueva bajada a los 12 meses. A los seis meses, la resistencia a la tracción tuvo una reducción de cerca del 9% para los dos tipos de cemento sin ceniza volante. En la última edad, las argamasas con CP V y CP II-F sufrieron una reducción del 68% y del 57%, respectivamente (Tabla 2 y Figura 4). Algunos investigadores mostraron que expansiones del orden del 0.2-0.3% son capaces de afectar a la resistencia a la tracción, mientras que las resistencias a la compresión son influidas en niveles más elevados de expansiones (Giannini et al., 2018; Leklou et al., 2016).

Las argamasas con ceniza volante obtuvieron un desempeño diferente, con aumento de la resistencia a la tracción hasta los primeros seis meses, siguiendo el comportamiento de la resistencia a la compresión, pero con el pasar del tiempo, y a los 12 meses, hubo una disminución del 19% y del 12% para el CP II -Z y CP IV, respectivamente (Figura 4). La ganancia inicial en la resistencia a la tracción se da debido a las reacciones puzolánicas involucrando las adiciones minerales que están presentes en estos hormigones.

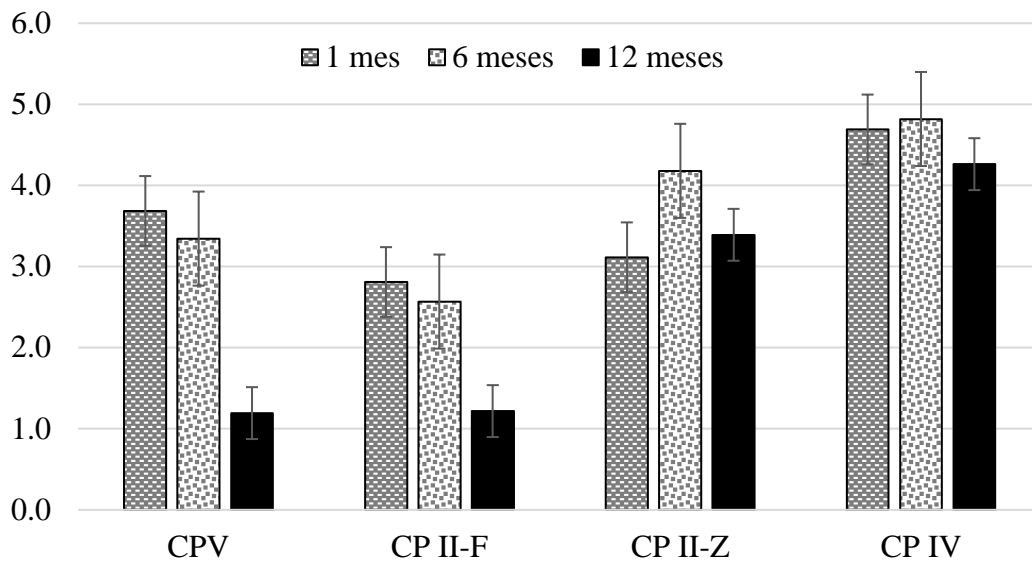


Figura 4. Resistencia a la tracción a lo largo del tiempo.

Tabla 2. Comportamiento de las propiedades de las argamasas con relación a las expansiones en un año.

<i>Tipo de hormigón</i>	<i>Reducción en la resistencia a la compresión (%)</i>	<i>Reducción en la resistencia a la tracción (%)</i>	<i>Expansión (%)</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 acuerdo con la Tabla 2 queda evidente que para expansiones por encima del 0.45% el daño a las propiedades mecánicas es muy expresivo, con reducciones del orden del 50%. Además de eso, para expansiones del orden del 0.10% ya existen señales claras de un inicio de deterioro de la DEF, una vez que la resistencia a la tracción tiene una reducción de cerca del 10% en un año. Ese reflejo negativo genera preocupación tanto al desempeño de los hormigones moldados como al hormigón puzolánico con relación a la DEF. El nivel de expansión no parece tan alto como lo esperado, pero se detectaron consecuencias mecánicas y la DEF se observó por medio de análisis microestructurales. De esta manera, para estudios de DEF en argamasas, el límite en un año debería ser menor. Son necesarios más estudios para definir un método de prueba totalmente confiable límite de expansiones.

Las correlaciones entre las resistencias y el nivel de expansiones se presentan en la Figura 5 y en la Figura 6. Conforme las expansiones aumentan, las resistencias disminuyen para los cementos CP V y CP II-F; por otro lado, no es posible establecer correlación en la presencia de cementos con la ceniza volante (CP II-Z y CP IV). Para corroborar esa afirmación, se realizaron análisis microestructurales y se indicaron claramente la formación de cristales de Etringita en las argamasas conteniendo ceniza volante. De la misma manera, se analizaron muestras de argamasa de otros hormigones y la DEF detectada. En las imágenes 7, 8, 9 y 10 se puede observar la presencia de DEF, y se presentan algunos espectros de EDS, confirmando la característica química de las formaciones de Etringita.

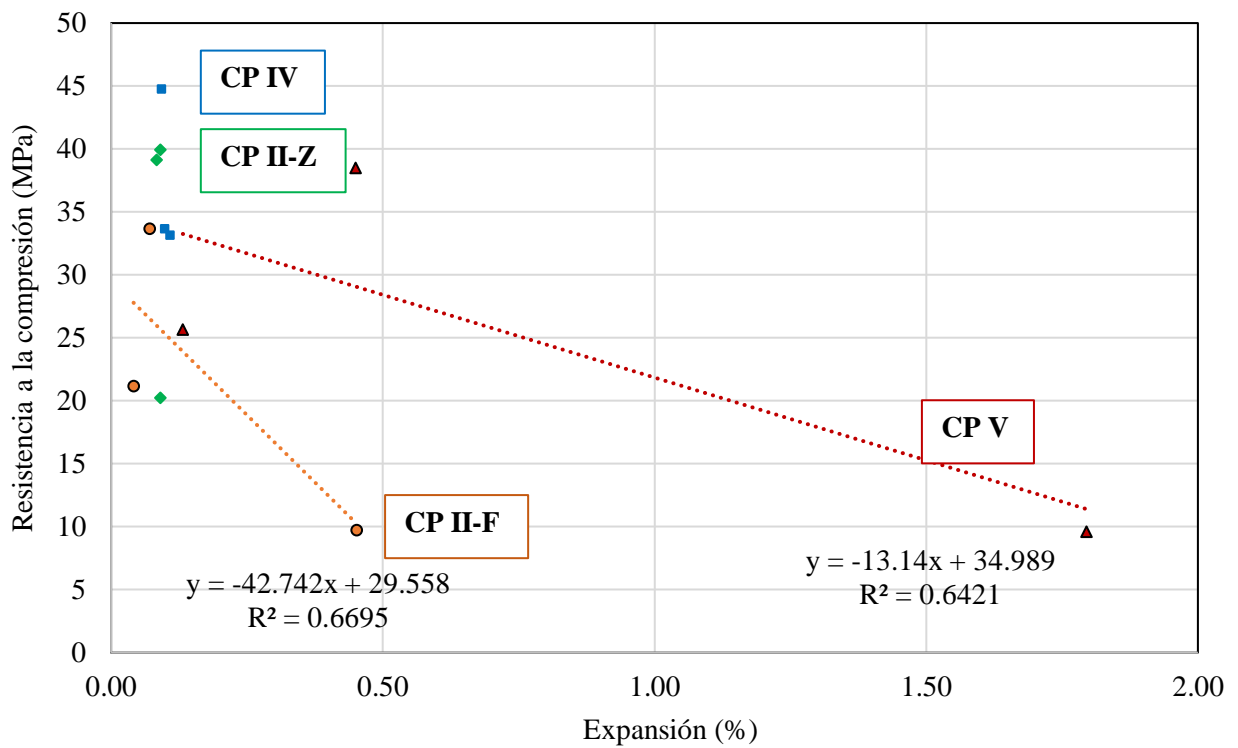


Figura 5. Correlación entre resistencia a la compresión y expansión.

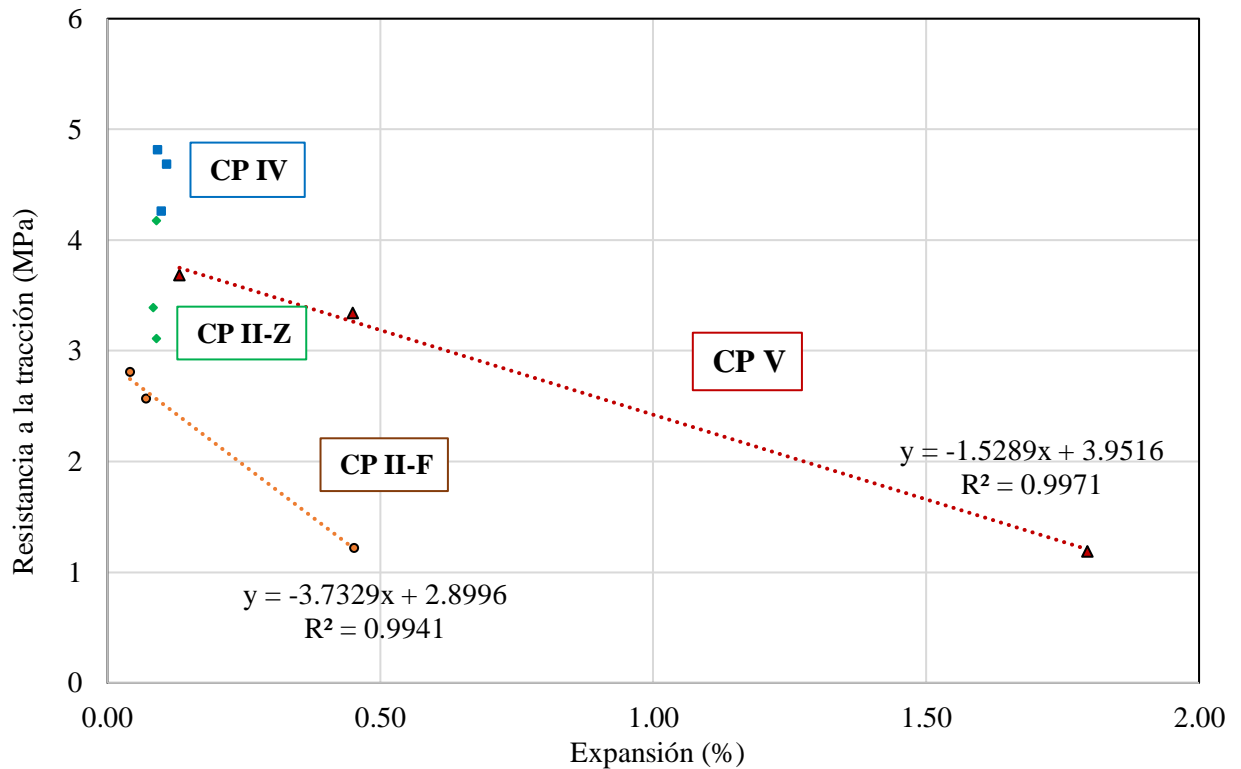
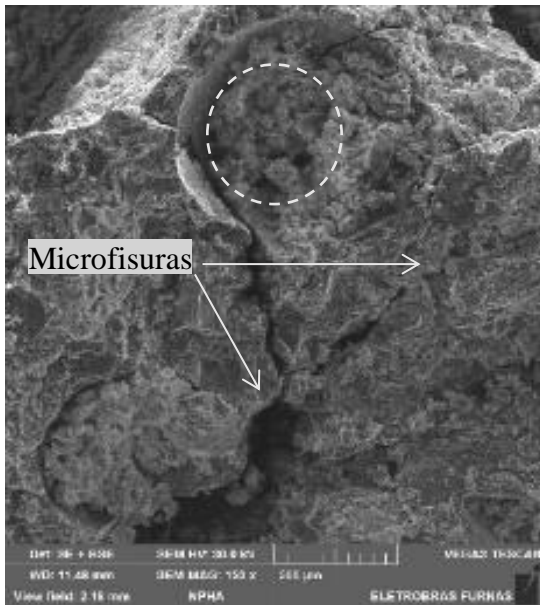
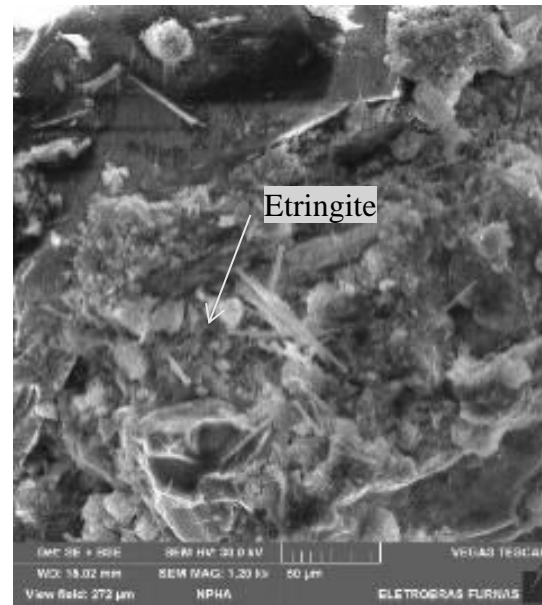


Figura 6. Correlación entre resistencia a la tracción y expansión.



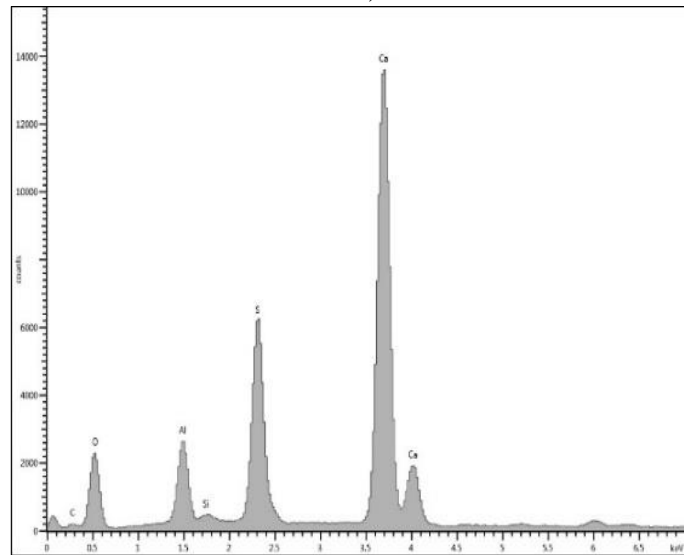
a)



b)



c)



d)

Figura 7. Micrografías de argamasas con CP V en un año:

- a) Vacíos rellenado e intensa microfisuración; b) Pasta frágil; con formación de Etringite; c) Etringita maciza en la pasta de hormigón y zona de transición (TZ) debilitada; d) Espectro de EDS de cristales de Etringite indicados en la Figura 7a.

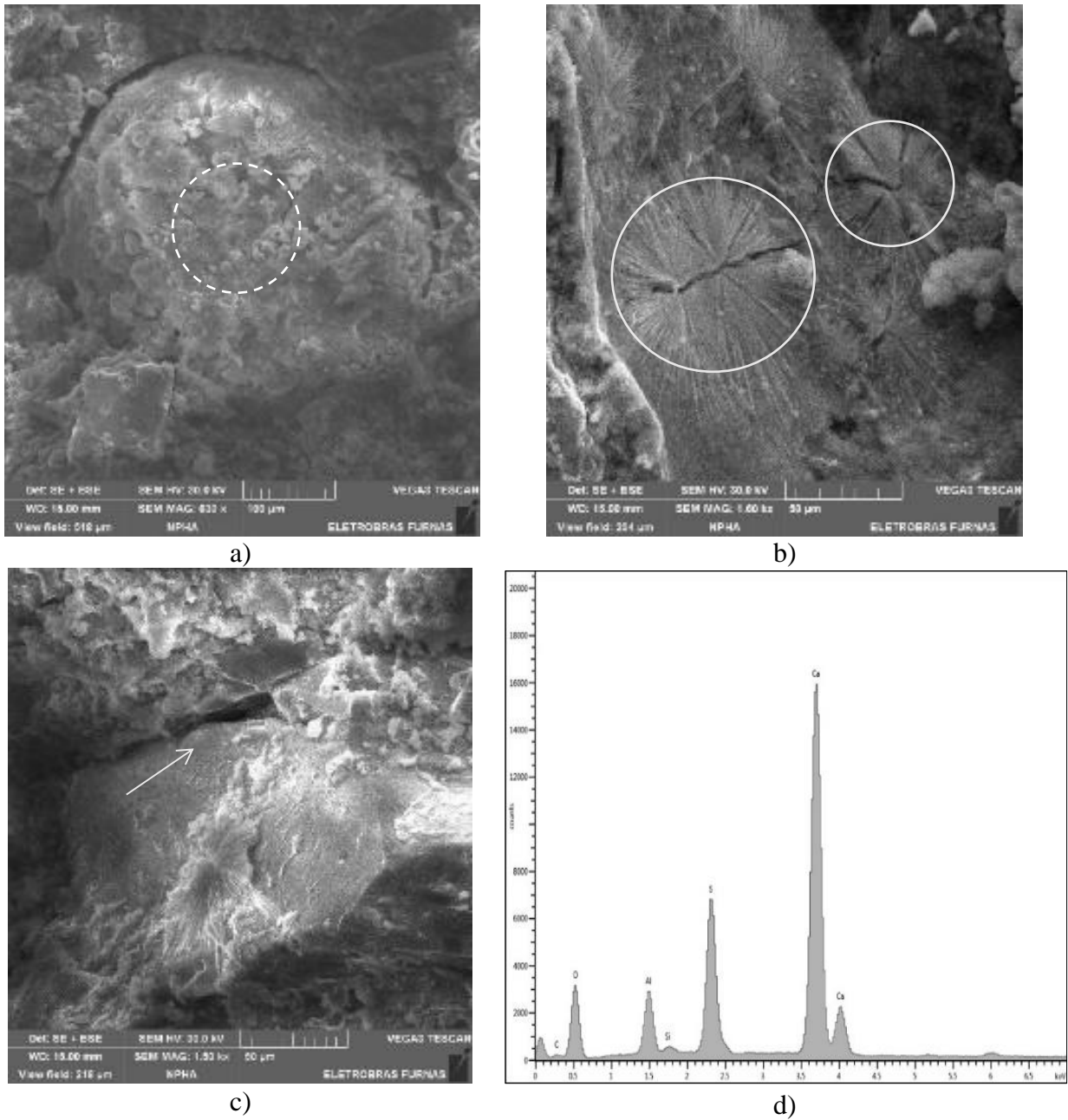


Figura 8. Micrografías de argamasas con CP II-F en un año:
a) DEF rellenando un vacío; b) Cristales de Etringita comprimidos en la pasta de hormigón; c) Pérdida de adherencia entre la pasta de hormigón y el agregado y neoformaciones en la superficie del agregado; d) Espectro de EDS de Etringita masiva indicada en la Figura 8a.

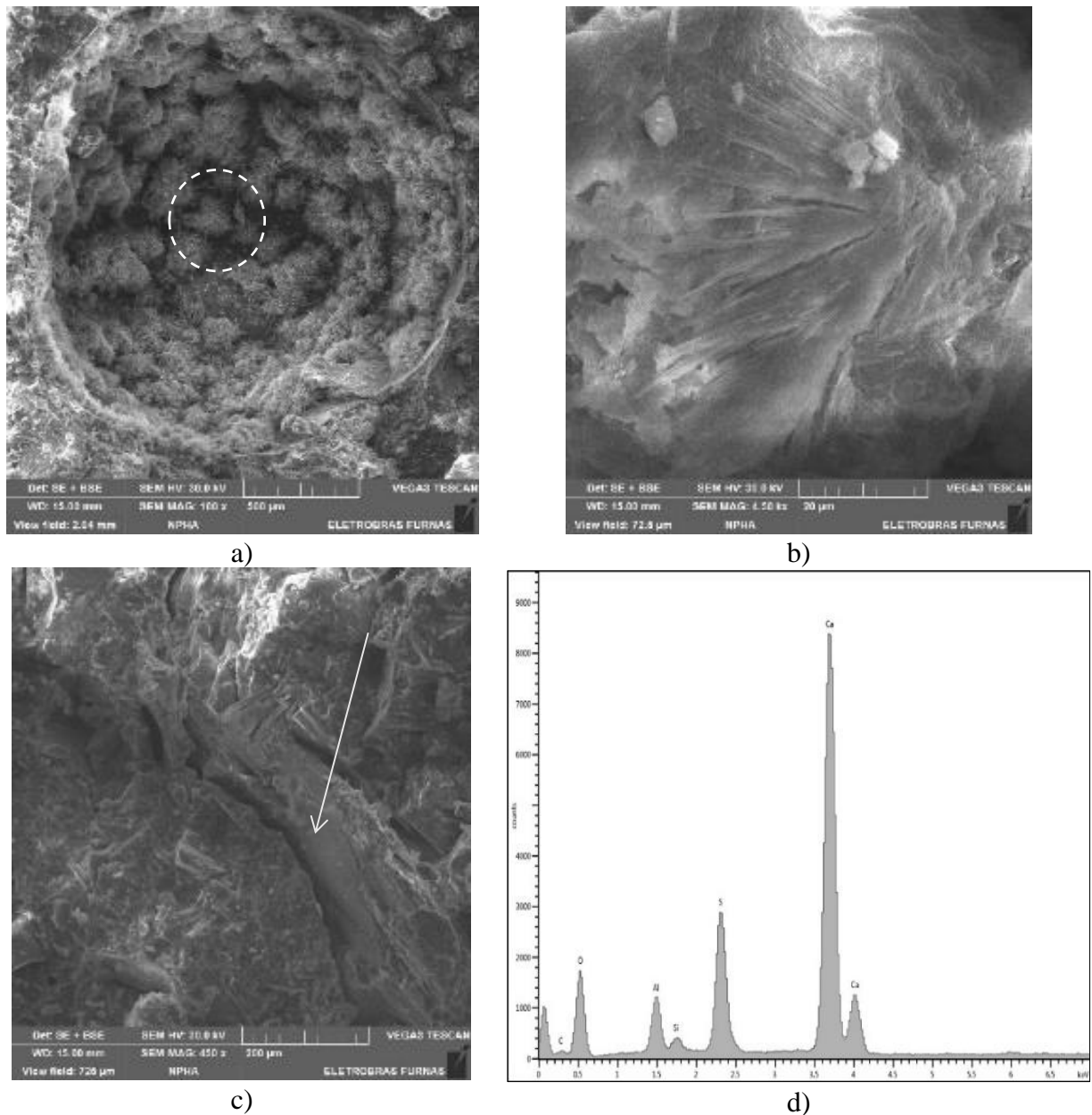


Figura 9. Micrografías de argamasas con CP II-Z en un año:

- a) Aglomeración de Etringita en un vacío; b) Formaciones macizas en la pasta de hormigón; c) Desprendimiento entre pasta y agregado; d) Espectro EDS de aglomeraciones de Etringita indicadas en la Figura 9a.

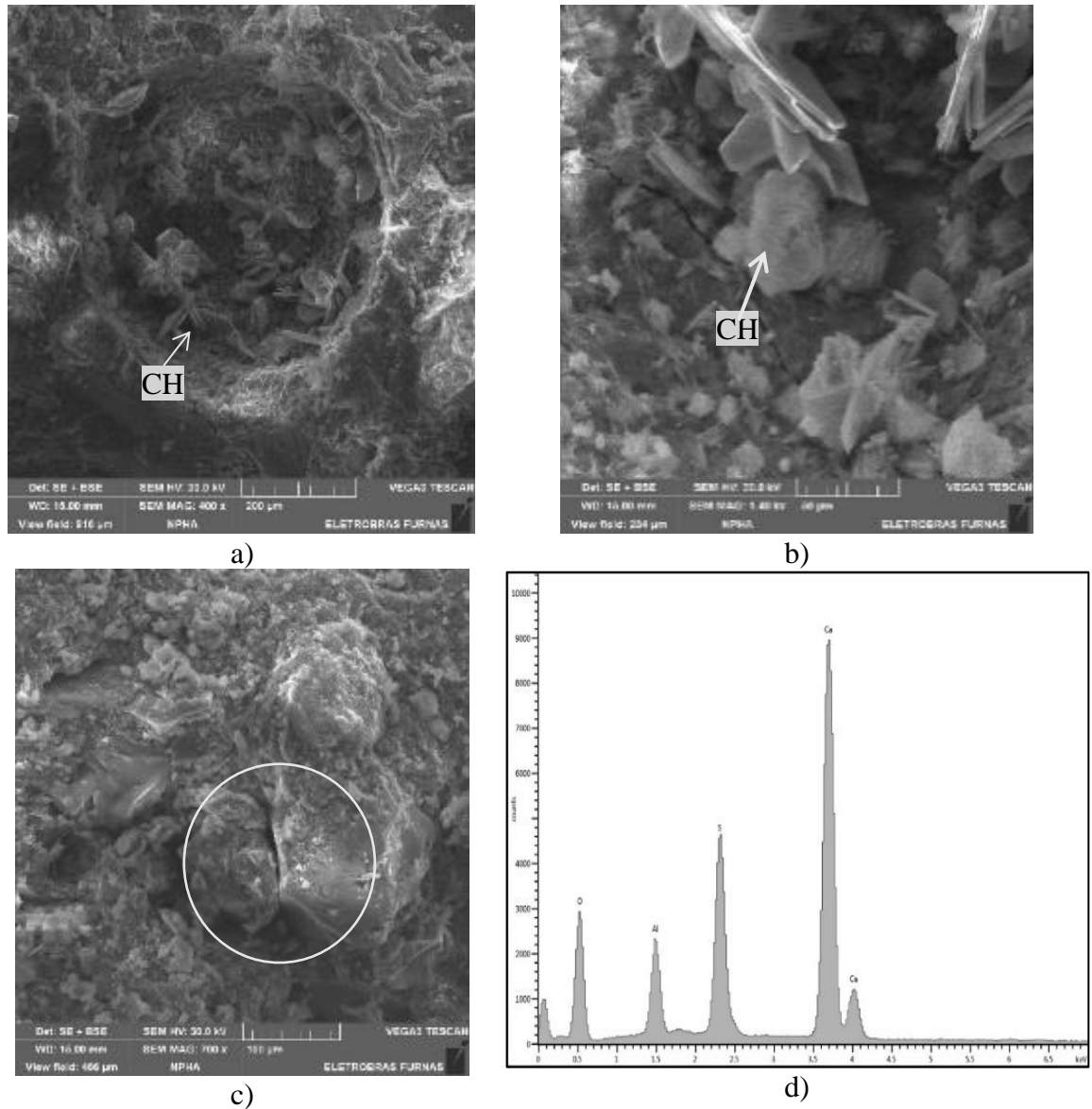


Figura 10. Micrograffías de argamasas con CP IV en un año:
 a) Cristales de hidróxido de calcio (CH) dentro de un vacío con algunas formaciones de Etringita;
 b) Detalle de algunos cristales de Etringita y CH; c) Algunos granos de agregado desconectados de la argamasa; d) Espectro EDS de cristales indicados en la Figura 10b.

Los análisis realizados en un año por MEV y EDS comprobaron la presencia de Etringita tardía en algunas condiciones. Es posible comparar las diferencias de cada cemento utilizado y también la magnitud de las neoformaciones. Las expansiones, así como el comportamiento mecánico, pueden ser explicados por la microestructura. Los daños de DEF para la resistencia a la tracción siguieron este orden decreciente: CP V; CP II-F; CP II-Z; CP IV. Del punto de vista microestructural, se observaron incidencias de neoformación de Etringita en los vacíos y pasta de hormigón y fragilidad de la pasta en el mismo orden. Aunque, se detectó alguna pérdida de adherencia entre la pasta y el agregado en todas las muestras, independientemente del tipo de cemento. Además de eso, para las argamasas producidas sin ceniza volante (CP V e CP II-F) la presencia de neoformaciones de

Etringita fue más significativa. El comportamiento de la resistencia a la compresión fue semejante a la resistencia a la tracción, aunque el cemento CP II-Z no haya promovido una disminución abrupta cuando se compara al cemento CP IV en un año. Con relación a los niveles de expansión de DEF, los mayores valores se alcanzaron para el cemento sin adición (CP V), seguido del cemento CP II-F. Además de eso, los principales daños para las pastas de hormigón y la zona de transición se demostraron por MEV en la presencia de DEF.

4. CONCLUSIONES

El presente estudio avaluó la DEF en argamasas con diferentes tipos de cemento. Los resultados del programa experimental llevaron a las siguientes conclusiones:

- Cementos sin ceniza volante están más sujetos a DEF, con grandes expansiones e influencias negativas en las propiedades mecánicas;
- La presencia de filler calcáreo promueve una modificación en la cinética de la reacción, retardando el proceso expansivo de la DEF, pero sin mitigación;
- Las mezclas producidas con cementos conteniendo ceniza volante tuvieron mejor desempeño, con menores consecuencias negativas en las propiedades mecánicas, así como menores niveles de expansión debido a las propiedades de autocicatrización de las cenizas volantes en la presencia de agua;
- El procedimiento adoptado en laboratorio fue capaz de inducir DEF y promover influencias en la integridad de la pasta de hormigón, incluyendo la fragilidad de la pasta y zonas de transición y en las propiedades mecánicas. De cualquier forma, los procedimientos de laboratorio deben ser adoptados con cautela para las argamasas, pues se observan diferentes comportamientos expansivos entre los cementos testados. El cemento sin adición, de alta resistencia inicial, pudo ser evaluado a los cinco meses, sin embargo, no ocurrió lo mismo con los otros tipos, apuntando la necesidad de edades posteriores de evaluación, inclusive tras un año;
- Los daños por DEF inducidos a las propiedades mecánicas de las argamasas fueron muy expresivos. Para expansiones por encima del 0.45%, hubo reducciones del orden del 50%. Además, para expansiones de cerca del 0.10%, se observaron señales claras de deterioro de la DEF en la microestructura y resistencia a la tracción de la argamasa en un año, incluso en la presencia de las cenizas volantes, señalizando el riesgo de evolución de daños.

5. AGRADECIMIENTOS

A los autores les gustaría agradecer al Instituto Meridional (IMED) - Campus Passo Fundo / RS y a la Fundação Meridional. Esta investigación contó con el apoyo parcial de FURNAS CENTRAIS ELÉTRICAS S.A. De la misma manera, los autores también agradecen la oportunidad de participar del 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, 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, nº 6, pp. 2182-2217. <https://doi.org/10.3390/ma6062182>