



## Avaliação da formação de etringita tardia (DEF) em pastas de cimento pelo ensaio de carga pontual instrumentado (PLT-LVDT)

*Evaluation of delayed ettringite formation (DEF) in cement pastes using instrumented point load test (PLT-LVDT)*

Caio Farinacio <sup>(1)</sup>; Sérgio Angulo <sup>(2)</sup>; Nicole Pagan Hasparyk <sup>(3)</sup>

*(1) Engenheiro Civil, Mestrando, POLI-USP*

*(2) Professor, Doutor em Engenharia Civil, POLI-USP*

*(3) Pesquisadora, Doutora em Engenharia Civil, ELETROBRAS*

### Resumo

A DEF (*Delayed Ettringite Formation*) ocorre a partir de uma reação química expansiva em concretos que atingiram temperaturas superiores a 60°C nas primeiras idades. Esta reação gera fissuras e pode acarretar perdas consideráveis na resistência e no módulo de deformação em concretos ao longo do tempo, o que leva a um comprometimento da integridade da estrutura. Para estudar os efeitos deletérios da DEF, é demandado grande esforço laboratorial, além de uma análise de longa duração, cujas respostas podem depender não apenas da pasta de cimento, mas também do agregado, ou seja, não há um comportamento generalizável. Neste contexto, o presente trabalho buscou avaliar a formação da etringita tardia e o efeito da propagação de danos nas propriedades mecânicas em corpos de prova cúbicos de pasta de cimento, com dimensão reduzida (10 mm de face), através do ensaio de carga pontual instrumentado (PLT-LVDT), expostos previamente a um ciclo de cura térmica pré-estabelecido, seguido da exposição em ambiente específico, com alta umidade (imerso em água) a 38°C. Análises microestruturais também foram realizadas para verificar a neoformação de etringita ao longo do tempo. A partir dos estudos realizados até a idade de 7 meses, já foi possível ser notada a neoformação de etringita bem como o início do processo de fissuração da matriz cimentícia. No entanto, até o presente momento, não se percebeu ainda dano nas propriedades mecânicas avaliadas (resistência à tração e módulo de deformação), pelo ensaio PLT-LVDT empregado.

*Palavra-Chave: Etringita tardia. DEF. Reação expansiva. Durabilidade.*

### Abstract

DEF (*Delayed Ettringite Formation*) occurs from a chemical expansive reaction in concretes that have reached temperatures above 60°C in the initial stages. This reaction generates cracks and can lead to considerable losses in strength and deformation modulus in concrete over time, which compromises the integrity of the structure. A great deal of laboratory effort is required, as well as long-term analysis to study the deleterious effects of DEF. Furthermore, the responses to which may depend not only on the cement paste, but also on the aggregate, i.e., there is no generalizable behavior. In this context, this study sought to evaluate the formation of delayed ettringite formation and the effect of propagation of damage on mechanical properties of cubic cement paste specimens with reduced sizes (10 mm face), using the instrumented point load test (PLT-LVDT). Samples were previously exposed to a pre-established thermal curing cycle, followed by a specific exposure environment (immersed in water at 38°C). Microstructural analyses were also conducted to verify the neoformation of ettringite over time. From the studies conducted up to the age of 7 months, the microstructural analysis was able to indicate delayed ettringite neoformation and the start of process of cement matrix cracking. However, up to this point, there has been detected no damage to the mechanical properties assessed (tensile strength and modulus of deformation) using the PLT-LVDT test.

*Keywords: Delayed ettringite formation. DEF. Expansive reaction. Durability.*



## 1 Introdução

A formação de etringita tardia, ou DEF (*delayed ettringite formation*), é caracterizada pela neoformação dos cristais de etringita quando o concreto já se encontra no estado endurecido, devido a alguns fatores intervenientes presentes durante as primeiras fases de hidratação do cimento, como a elevada temperatura de cura, superior a 60°C (HASPARYK et al., 2022; BRAGANÇA et al., 2021; LANGOSKI, 2021; PORTELLA et al., 2021; BRONHOLO, 2020). Diversos casos de estruturas de concreto afetadas vêm sendo relatados por vários pesquisadores (HASPARYK; KUPERMAN, 2019; SILVA; GONÇALVES; PIPA, 2008; THOMAS et al., 2008, HASPARYK et al., 2023).

A DEF, por ser uma reação expansiva e deletéria ao concreto, pode provocar perdas significantes de sua resistência e módulo de elasticidade devido ao quadro fissuratório generalizado gerado. Schovanz (2019), ao avaliar os efeitos da DEF em corpos de prova de concreto moldados com cimento CP V-ARI e sob condições de cura em ciclo térmico com temperatura máxima de 85°C, notou uma queda expressiva no módulo de elasticidade a partir da idade de 56 dias, chegando a uma redução de 82% aos 252 dias em relação à idade de referência (28 dias).

Ao longo dos últimos 15 anos, os efeitos deletérios da DEF foram avaliados em concretos, argamassa e pastas com cimentos nacionais. Melo (2010) avaliou os efeitos da elevação adiabática do concreto, moldando um corpo de prova de 200 L de volume. Já em pesquisas recentes, corpos de prova de concretos e argamassa foram moldados para serem avaliados em idades distintas que chegam até dois anos após a moldagem (BRONHOLO, 2020; LANGOSKI, 2021; MELO, 2021; SCHMALZ, 2018; SCHOVANZ, 2019). Para acelerar o processo da DEF, que de forma natural pode acontecer em anos, se faz necessário que os corpos de prova sejam acondicionados em tanques de cura ou câmaras climáticas com temperatura controlada para realizar o ciclo térmico durante as primeiras horas de moldagem. Nesses ciclos a temperatura do concreto é em geral elevada acima de 80°C, e após o ciclo térmico, os corpos de prova são armazenados em ambiente com temperatura constante de 38°C, com alta umidade (HASPARYK; SCHOVANZ; KUPERMAN, 2020; BRONHOLO, 2020).

Sabe-se que, o cimento representa o principal fator condicionante da DEF pela disponibilização dos seus íons sulfato, quando em exposição a elevadas temperaturas durante a fase inicial da hidratação do cimento, quando da formação da etringita primária. Contudo, as demais fases constituintes do concreto também têm influência na velocidade e propagação do dano causado pela DEF. Oliveira (2022) verificou os efeitos da DEF em argamassas e concretos, variando os teores de adições minerais pozolânicas como a sílica ativa e o metacaulim. Nas amostras de referência (sem adições), as argamassas apresentaram elevada expansão, de 0,9% aos 450 dias, enquanto nos concretos, a expansão aos 365 dias obtida foi de 1%, evidenciando que a velocidade de propagação das expansões (dano) ocorrem em diferentes velocidades a depender do compósito (concreto, argamassa e pasta). Comportamentos distintos entre concretos e argamassas também foram observados por Bronholo (2020)

Com base no exposto, nota-se a partir da literatura consultada que grande parte dos ensaios mecânicos para a avaliação do potencial de dano causado pela DEF são realizados em concretos e argamassas. Neste contexto, o presente trabalho teve como objetivo compreender, inicialmente, os efeitos deletérios da formação da etringita tardia (DEF) nas propriedades mecânicas de pastas de cimento, em uma análise de pequena



escala (corpos de prova cúbicos de 10 mm), de forma a contribuir com o meio técnico-científico.

## 2 Programa Experimental

O programa experimental deste trabalho consistiu em investigar a ocorrência da DEF em pastas confeccionadas com um cimento, com o menor teor de adições, do tipo CP V ARI. Foram realizadas análises físicas, mecânicas e microestruturais. O lote de cimento utilizado é o mesmo empregado na pesquisa de Melo (2021). A Tabela 1 apresenta a análise físico-química do cimento utilizado.

Tabela 1 – Análise químico-física do cimento CP V ARI.

Propriedade determinada		Valores encontrados	NBR 16697 (ABNT, 2018)
Perda do fogo (%)		3,59	≤ 6,50
Resíduo insolúvel (%)		0,70	≤ 3,50
Consistência normal (%)		30,1	-
Expansibilidade a quente (mm)		0,23	≤ 5,00
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )		3,09	-
Área específica - Blaine (cm <sup>2</sup> /g)		4362	≥ 3000
Resíduo na peneira # 200, 75 mm (%)		0,07	≤ 6,00
Resíduo na peneira # 325, 45 mm (%)		0,026	-
Resistência à compressão – 1 dia (MPa)		23,6	≥ 14,0
Resistência à compressão – 3 dias (MPa)		38,6	≥ 24,0
Resistência à compressão – 7 dias (MPa)		44,8	≥ 34,0
Resistência à compressão – 28 dias (MPa)		53,2	-
Tempo de início de pega (min)		229	≥ 60
Tempo de fim de pega (min)		274	≤ 600
Óxidos (%)			
Dióxido de silício	SiO <sub>2</sub>	19,89	-
Óxido de alumínio	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,43	-
Óxido de cálcio	CaO	61,75	-
Óxido de ferro	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,00	-
Óxido de magnésio	MgO	2,37	≤ 6,50
Óxido de cálcio livre	CaO	0,99	-
Trióxido de enxofre	SO <sub>3</sub>	2,74	≤ 4,50

Para atingir os objetivos do estudo, as pastas, após moldadas foram submetidas à cura térmica com temperatura máxima em patamar de 85 °C, conforme instrução técnica IT GSTE004-R0 (HASPARYK; SCHOVANZ; KUPERMAN, 2020).

Na análise física, os corpos de prova prismáticos (1 x 1 x 4) cm foram utilizados para verificação da variação linear e volumétrica utilizando-se de paquímetro digital, com precisão de 0,01 mm, e para verificação da variação de massa utilizando-se de balança digital com precisão de 0,001 g.



Para os ensaios mecânicos, foram utilizados corpos de prova de tamanho reduzido, cubos de pasta com 1 cm de aresta ( $1 \text{ cm}^3$ ), além de prismas com dimensões de  $(1 \times 1 \times 4) \text{ cm}$ . Os cubos foram destinados ao ensaio denominado PLT-LVDT “Point Load Test Instrumentado” (SILVA, 2022), que determina a resistência à tração pelo ensaio de carga pontual, e o módulo elástico, pelo do contato plano (amostra)-esférico (aplicador de carga), usando a teoria de contato elástico de Hertz. Os prismas foram usados para as análises físicas, de variação dimensional e massa.

Após o ciclo térmico usado para induzir a DEF, as pastas foram avaliadas entre as idades de 28 e 210 dias. O estudo se encontra em andamento até a idade de 365 dias. Após o ensaio mecânico e ruptura dos corpos de prova, fragmentos das pastas foram pulverizados (abaixo de 75 micrometros) e submetidas a avaliação da composição por fases, por meio das técnicas de difração de raios X (DRX), método quantitativo, com refinamento Rietveld. Em seguida, os ensaios foram complementados com análise microestrutural, a partir da microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectroscopia por energia dispersiva de raios X (MEV / EDS).

## 2.1 Moldagem e cura dos corpos de prova

A Figura 1 ilustra a moldagem dos corpos de prova cúbicos e prismáticos. As pastas de cimento mantiveram relação água-cimento de 0,46, a mesma adotada por pesquisadores anteriores, conforme dissertações de Schovanz (2019), Bronholo (2020), Miranda (2020) e Melo (2021). As pastas foram produzidas em um misturador convencional (argamassadeira) de rotação baixa em  $140 \pm 5 \text{ rpm}$  e rotação alta em  $285 \pm 10 \text{ rpm}$  cimentícios.

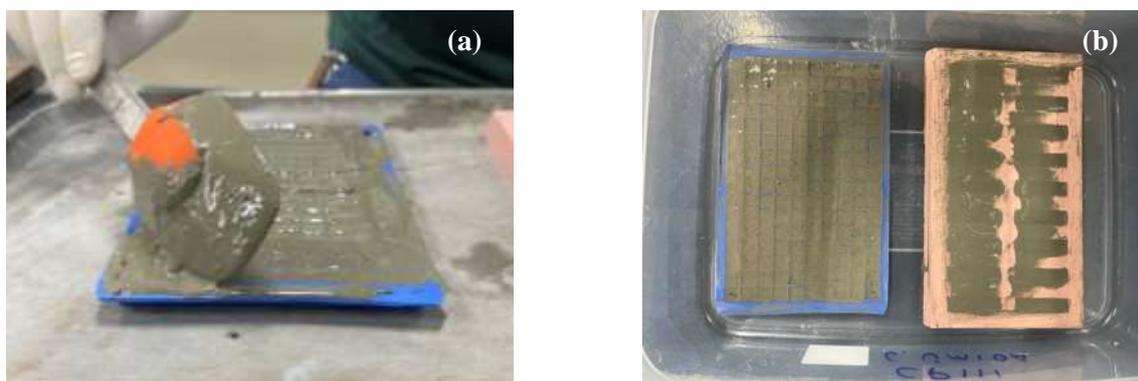


Figura 1 - Amostras de pasta de cimento (a) durante e (b) após moldagem.

Após o processo de moldagem dos corpos de prova, estes foram posicionados em caixas fechadas com lâmina d'água para manter a umidade no ambiente. Após 6 horas, nesse período de pré-cura, os corpos de prova destinados à cura térmica foram transferidos para uma estufa para a realização do ciclo térmico, conforme disposto no procedimento de ensaio descrito em HASPARYK *et al.* (2020).

Desta maneira, a temperatura interna partiu de  $23 \text{ }^\circ\text{C}$ , com taxa de aquecimento de  $10 \text{ }^\circ\text{C/h}$  até o patamar de  $85 \text{ }^\circ\text{C}$ . No interior da estufa, os corpos de prova permaneceram



expostos a 85 °C por 12 h. Em seguida, iniciou-se o resfriamento na mesma taxa de 10 °C/h até a temperatura de 38 °C. O ciclo térmico completo teve duração de 28 h.

A Figura 2 apresenta a curva teórica e a curva real com as leituras das temperaturas da estufa no momento do ciclo térmico.

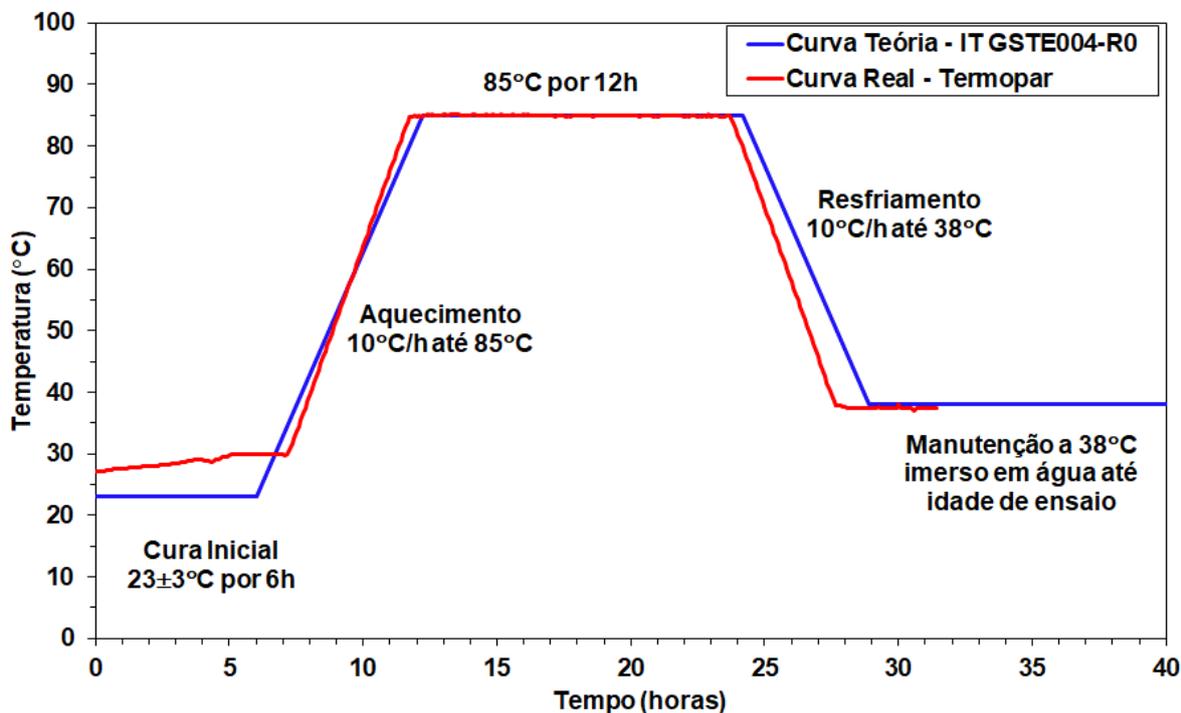


Figura 2 – Ciclo de cura térmica adotado.

Após o ciclo térmico (28 h), os corpos de prova cúbicos foram desformados e tiveram a sua face superior marcada para sinalizar o correto posicionamento no ensaio PLT-LVDT, enquanto os corpos de prova prismáticos tiveram as suas superfícies regularizadas com lixa fina (grão 220) para a verificação de expansão.

Após a desforma, os corpos de prova submetidos ao ciclo térmico para indução da DEF foram submersos em água potável a 38°C até as idades de ensaio.

## 2.2 Propriedades mecânicas das pastas de cimento

O método utilizado para a determinação das propriedades mecânicas das amostras é apresentado por Silva (2022), baseando-se no ensaio de carga pontual instrumentado (*Point Load Test* - PLT), que permite obter o módulo elástico e a tensão de ruptura à tração de sólidos.

O teste consiste em aplicar lentamente (0,2 mm/min) uma carga de compressão pontual para obter uma curva carga-deslocamento que segue uma tendência exponencial. Na Figura 3 se encontra apresentado o equipamento a ser utilizado para esse ensaio.

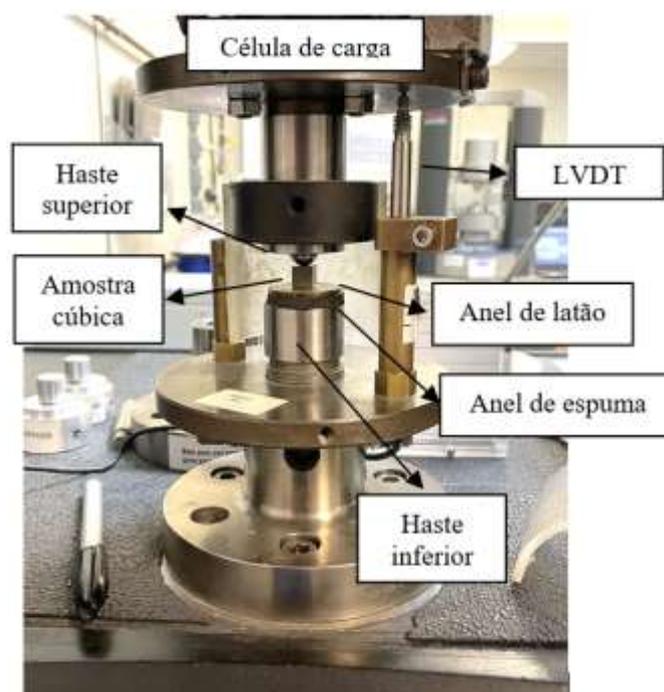


Figura 3 - Máquina para ensaio PLT-LVDT.

O valor de resistência à tração ( $\sigma_t$ ) é obtido a partir da Equação 1, onde F é a carga de ruptura do ensaio e D é a altura do corpo de prova.

$$\sigma_t = \frac{0,9 \times F}{D^2} \quad (\text{Equação 1})$$

Para a obtenção dos valores de módulo de elasticidade das pastas, foi utilizada a teoria de Hertz que descreve o comportamento mecânico de materiais perfeitamente elásticos em contato com plano-esférico. Para isso, inicialmente deve-se analisar a região da curva experimental tensão-deformação correspondente ao comportamento elástico para aplicação das equações da teoria.

Conforme apresentado por Silva (2022), a determinação da curva elástica é baseada no procedimento adotado por Portnikov e Kalman (2014), que consiste em dividir a curva experimental em seções e determinar a rigidez de contato média (KN) de cada seção, por meio de ajuste linear.

Na curva experimental, a carga (F) e o deslocamento (s), se correlacionam de acordo com a Equação 2 (PORTNIKOV; KALMAN, 2014), onde C depende do diâmetro do corpo esférico e do módulo de elasticidade efetivo ( $K_e$ ). C é medido experimentalmente pelo ajuste da curva à relação  $F=C.s^{1,5}$  na região elástica. Determinando-se o C,  $K_e$  pode ser determinado e assim o módulo de elasticidade da amostra ( $E_{am}$ ), de acordo com a Equação 3, onde  $\nu_{ap}$  e  $\nu_{am}$  são os coeficientes de Poisson do aparato e da amostra, respectivamente, e  $E_{ap}$  é o módulo de elasticidade do aparato.



$$F = \left( \frac{4K_e \sqrt{D}}{3} \right) s^{11.5} = C \times s^{11.5} \quad (\text{Equação 2})$$

$$K_e = \frac{(1 - \nu_{ap}^2)}{E_{ap}} + \frac{(1 - \nu_{am}^2)}{E_{am}} \quad (\text{Equação 3})$$

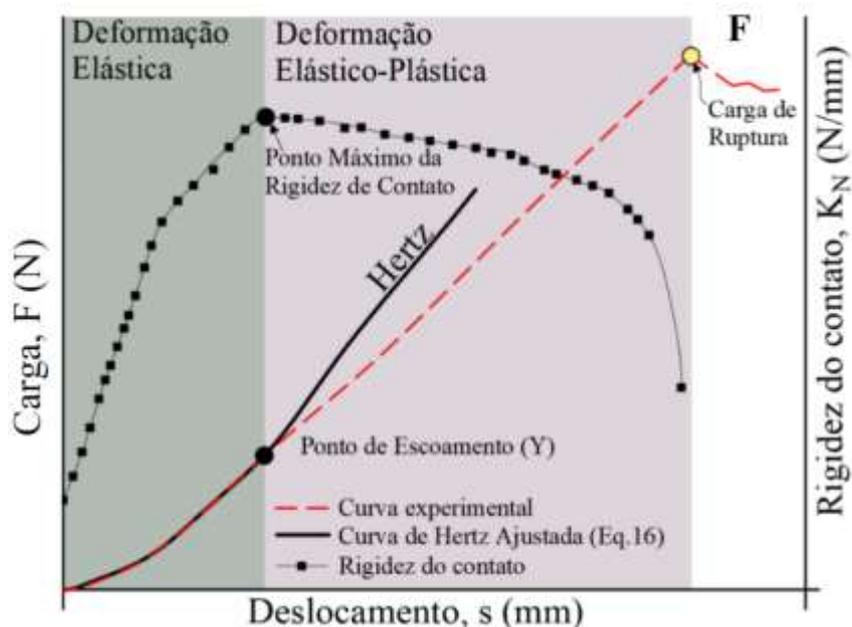


Figura 4 – Obtenção da rigidez do contato em diferentes seções, para verificar até que ponto os resultados experimentais seguem a teoria de contato elástico de Hertz. Fonte: Silva (2022).

### 2.3 Avaliações físicas das pastas de cimento

A determinação da expansão é uma das principais evidências do processo de formação da etringita tardia, pois a neoformação da etringita na matriz causa tensões locais, gerando variações volumétricas da pasta cimentícia (THOMAS *et al.*, 2008), a depender da quantidade formada. Para avaliar a variação volumétrica nos concretos, foi utilizado paquímetro digital com precisão de 0,01 mm. Foram realizadas sete medidas em cada prisma de pasta moldados, sendo uma na longitudinal (L), e seis nas seções transversais (A1-A2-A3 e B1-B2-B3), conforme exemplificado na Figura 5. As medidas foram realizadas na ordem L, A-1, B-1, A-2, B-2, A-3 e B-3. Portanto, o parâmetro determinado ao final representa a expansão volumétrica das pastas curadas termicamente.

A variação de massa das amostras foi monitorada através de balança digital com precisão de 0,001g com o objetivo de avaliar quantitativamente a neoformação de etringita ao longo do tempo. Os corpos de prova foram medidos em condição saturada com superfície seca (SSS).

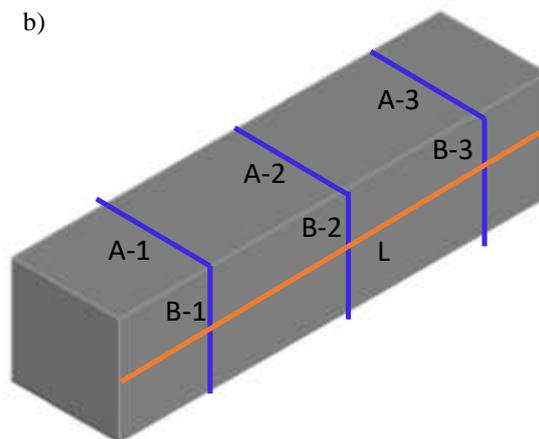


Figura 5 – Exemplificação das leituras efetuadas com paquímetro nos corpos de prova prismáticos.

## 2.4 Avaliação microestrutural e composição das fases das pastas de cimento

As características microestruturais dos compósitos estudados foram avaliadas a partir da análise de fragmentos de pastas de cimento retiradas de pelo menos uma amostra de cada condição estudada. Esses corpos de prova foram ensaiados pelo PLT-LVDT e em seguida as amostras foram selecionadas para esta caracterização.

As análises por MEV se encaixam como uma avaliação complementar às demais análises realizadas, tornando possível uma avaliação das amostras a nível microestrutural e a verificação das possíveis alterações devidas às neoformações presentes. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura do Laboratório de Microestrutura da Divisão de Tecnologia em Engenharia Civil e Hidráulica de FURNAS (DTEC.E), da marca Testan, modelo VEGA3, de vácuo variável (alto e baixo), e o EDS duplo empregado, da Oxford.

Já a composição de fases por DRX, utilizando-se o refinamento pelo método de Rietveld, foi determinada de maneira a complementar a técnica de investigação por MEV/EDS. Foi utilizado o equipamento *Panalytical X'PERT diffractometer* em temperatura ambiente, com radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ). O ensaio foi realizado com 40 mA - 40 kV. Em todas as análises, as condições de varredura foram de  $0.02^\circ 2\theta$  - 300s. Para as análises quantitativas pelo método de Rietveld, utilizou-se um padrão interno em 10% de fluoreto de lítio (LiF), por não apresentar picos com sobreposição aos das fases normalmente presentes nas amostras analisadas.



### 3 Resultados e discussões

#### 3.1 Propriedades mecânicas

Os resultados das propriedades mecânicas determinadas ao longo do tempo são apresentados nas Figuras 6 (a; b). A Figura 6a apresenta a resistência média à tração, a partir da ruptura dos corpos de prova cúbicos (1 cm<sup>3</sup>). Para cada idade, foram ensaiados 25 corpos de prova. Houve um pequeno acréscimo na resistência média à tração, saindo de 5,2 MPa aos 28 dias para 5,4 MPa aos 90 dias, associado à própria hidratação do cimento. Na idade de sete meses (210 dias), percebe-se uma queda de 3,7% na resistência média à tração (em relação há 90 dias), provavelmente relacionada à formação da etringita tardia, retornando à média observada aos 28 dias.

Estes resultados vão de encontro aos de outros pesquisadores que ensaiaram a resistência à tração em concreto, como Bronholo (2020) que ao analisar o ataque por DEF, notou constância desta propriedade até a idade de 90 dias e queda de 16% entre 90 e 270 dias. Oliveira (2022) observou comportamento semelhante, com redução na resistência à tração após os 90 dias de idade, chegando em 35% entre 90 e 365 dias, maior da que observada neste trabalho e no de Bronholo até 270 dias.

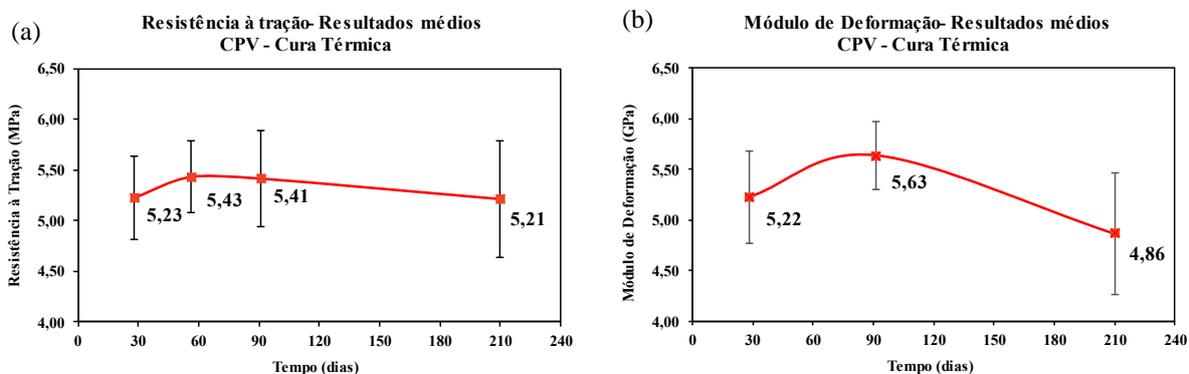


Figura 6 – Resultados médios de resistência à tração (a) e de módulo elástico (b) ao longo do tempo. As barras representam o desvio-padrão de 25 medidas em corpos-de-prova.

A Figura 6b apresenta os resultados médios de módulo de deformação das pastas de cimento ensaiadas a partir do ensaio PLT-LVDT nas idades de 28, 90 e 210 dias (7 meses). Os resultados médios do módulo elástico mostram a mesma tendência observada para a resistência à tração, ou seja, um ganho de 7,9% de 28 para 90 dias, seguido de uma redução de 13,7%, de 90 para 210 dias.

Nos estudos de Bronholo (2020), foram ensaiados corpos de prova de argamassa e concreto submetidos a cura térmica e o módulo de elasticidade foi determinado. Nos CPs de argamassa não foram observadas reduções significativas entre 28 e 365 dias. Já nos CPs de concreto, a redução observada no mesmo intervalo foi de 23%. Oliveira (2022) por sua vez obteve reduções na ordem de 68% entre 28 e 365 dias. Também, Schovanz (2019) registrou reduções bruscas no módulo de elasticidade, chegando a 76% de queda entre 28 e 252 dias. Estes pesquisadores apontam que a redução no módulo está diretamente atrelado as expansões observadas nos concretos.



### 3.2 Avaliações físicas

Os resultados das avaliações físicas ao longo do tempo são apresentados nas Figuras 7 (a; b). A Figura 7a apresenta a expansão volumétrica dos corpos de prova prismáticos de pasta de cimento avaliados até 7 meses. Entre as várias medições realizadas aos 90 dias, alguma retração química foi observada e pode ser esperada devido à evolução do grau de hidratação do cimento. A partir de 90 dias, os resultados indicam claramente evolução da expansão volumétrica relacionada à formação de etringita tardia, conforme registros por microscopia apresentados no item 2.4. A partir de 6 meses é notada expressiva expansão em todas as amostras avaliadas, e próxima de 1%, em média, aos 7 meses.

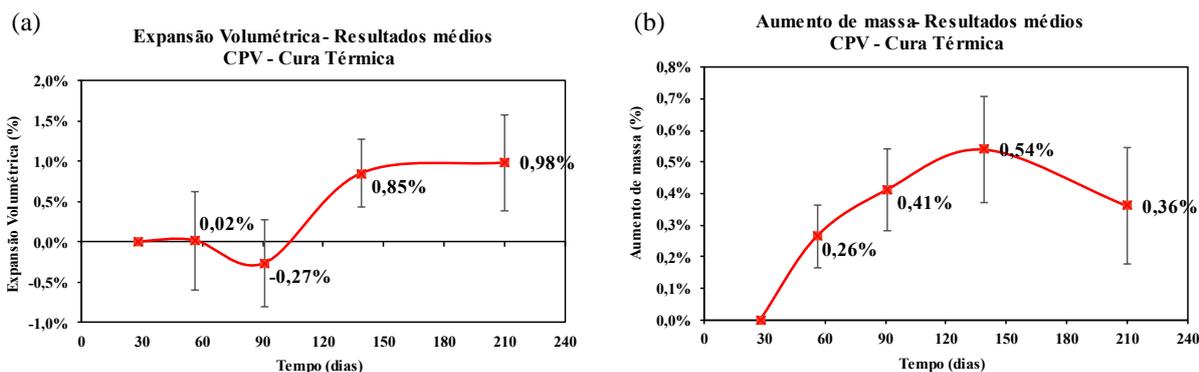


Figura 7 – Expansão volumétrica média (a) e aumento de massa (b) dos corpos de prova prismáticos de pasta de cimento ao longo do tempo.

A Figura 7b apresenta o ganho de massa dos corpos de prova prismáticos de pasta de cimento no tempo. Ao contrário das outras propriedades, até 150 dias observa-se um aumento de massa, e que pode estar relacionado tanto à evolução do grau de hidratação do cimento quanto à formação da etringita tardia. Ambos os fenômenos implicam em densificação da matriz cimentícia, até que a falta de espaço para acomodar a formação etringita tardia leve à fissuração e perdas das propriedades mecânicas. Nesta análise, a redução das propriedades mecânicas das pastas de cimento está atrelada à crescente expansão, mas, que, a partir de aproximadamente 150 dias, implica em processo de fissuração das pastas, conforme observado no item 2.4, mais adiante, por meio das avaliações microestruturais.

Este ganho de massa é esperado e citado por outros pesquisadores e nos estudos análogos com corpos de prova de argamassas e concretos; como Bronholo (2020), que obteve aumento de massa em argamassa na ordem de 0,69% aos 270 dias e 0,87% aos 365 dias. Já em concretos, o aumento de massa foi de 0,77% aos 270 dias e 0,98% aos 365 dias.

### 3.3 Avaliações microestruturais

Por meio das análises por MEV, é possível correlacionar os comportamentos físicos e mecânicos observados. A partir das investigações das amostras sob superfície de fratura, pode-se observar a neoformação de cristais de etringita nos poros e na matriz, como



mostrado na Figura 8, aos 28 dias de idade, e na Figura 9, com poros totalmente preenchidos com etringita tardia, aos 210 dias de idade (7 meses).

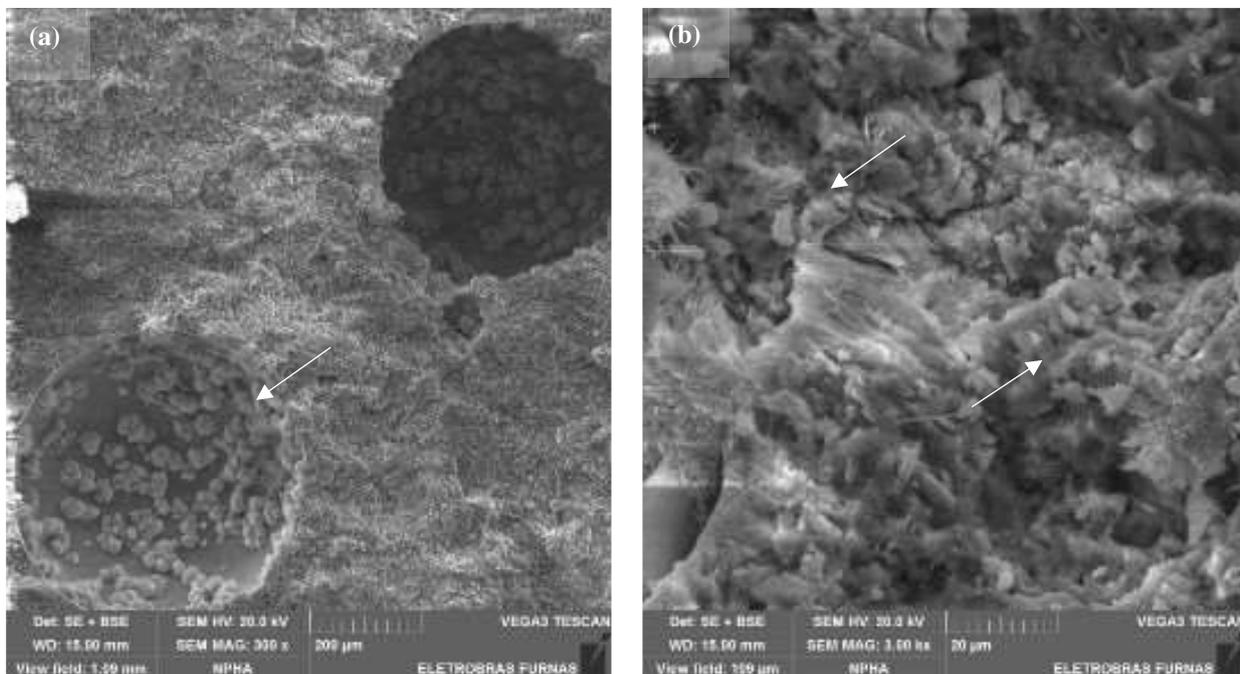


Figura 8 – Análise por MEV – CPV Cura Térmica – 1 mês. (a) Poros com preenchimento parcial com aglomerações de etringita e (b) formações massivas da etringita na pasta.

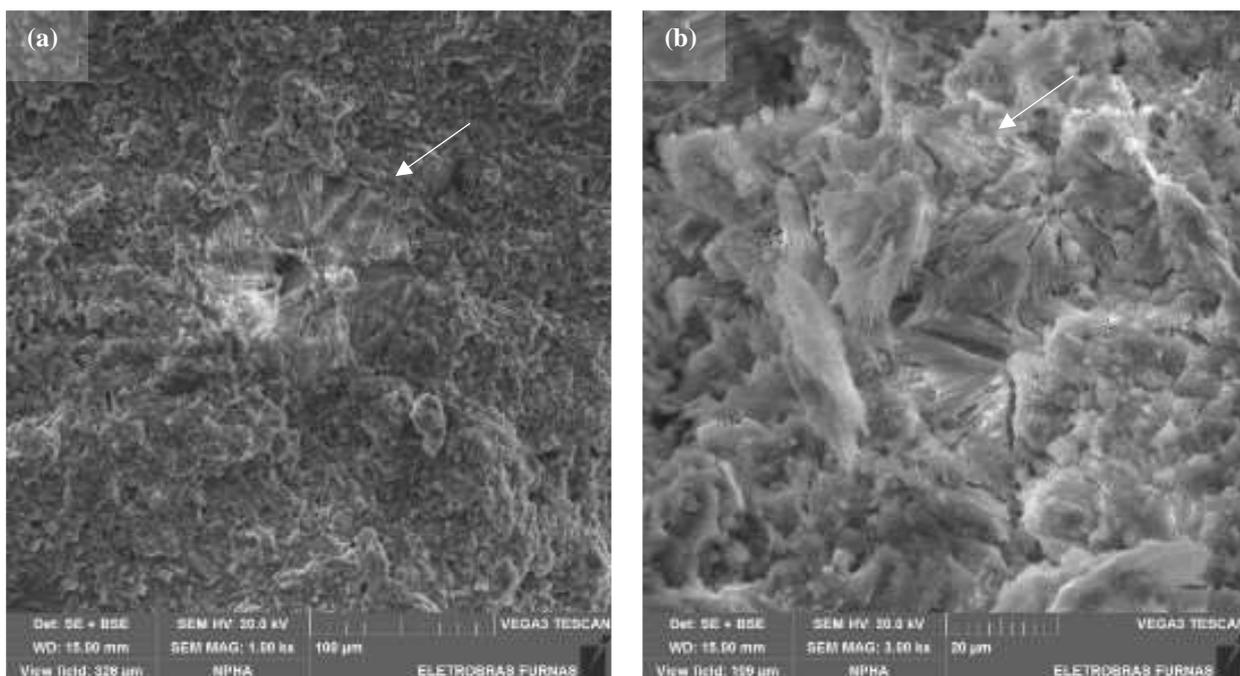


Figura 9 – Análise por MEV – CPV Cura Térmica – 3 meses. (a) Poro totalmente preenchido com etringita e (b) formações massivas da etringita em grande área na pasta.



A partir das imagens apresentadas, obtidas pela análise por MEV, verifica-se que houve uma evolução da quantidade de etringita tardia depositada nos poros da pasta, indo ao encontro dos demais resultados apresentados.

Nas análises por difratometria de raio X (DRX), também se percebe evolução da quantidade de etringita nas amostras avaliadas, bem como o consumo da portlandita e redução da katoita. A Tabela 2 apresenta as quantidades das fases observadas e obtidas pelo método de Rietveld nas idades de 28, 90 e 210 dias de idade.

Tabela 2 – Análise quantitativa das fases por Rietveld – CP V.

Fase mineral	Composição, em óxido	Ficha COD	Quantidades por Rietveld(%)		
			28 dias	90 dias	210 dias
Portlandita	Ca1.00O2.00H2.00	96-100-8782	13,6%	10,2%	10,2%
Calcita	Ca6.00C6.00O18.00	96-900-9669	6,2%	6,1%	4,7%
Etringita	Al4.00Ca12.00O99.36S6.00	96-901-1104	2,7%	2,7%	3,9%
Katoita	Ca24.00Al16.00Si5.54O96.00	96-155-2363	5,0%	4,0%	3,4%
Brownmillerita	Ca8.00Fe3.69Al4.31O20.00	96-900-3352	3,2%	1,7%	1,4%
Larnita	Ca8.00Si4.00O16.00	96-901-2795	12,3%	12,3%	11,8%
Amorfo:			57,1%	63,1%	64,6%
RWP:			6,870	5,821	6,436
Goodness of Fit:			3,267	2,246	2,498

A Figura 10 apresenta os teores encontrados ao longo do tempo e em área acumulada.

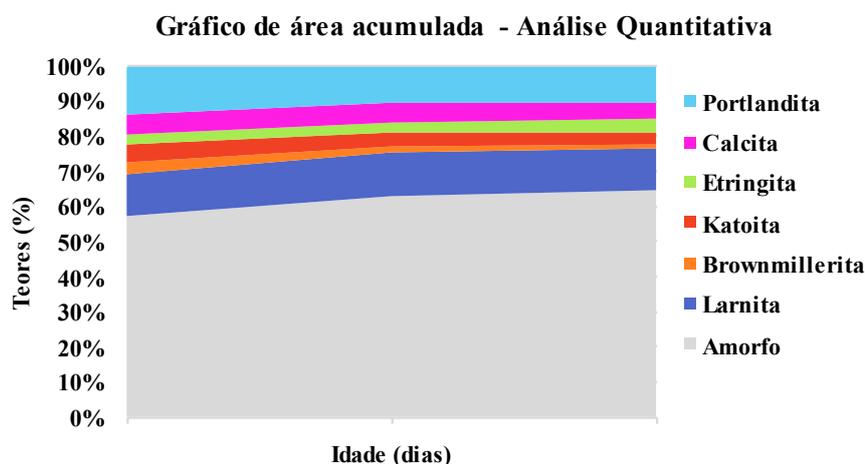


Figura 10 – Análise quantitativa por Rietveld a partir dos difratogramas no tempo em área acumulada.

Percebe-se através das análises de DRX que o teor de etringita se manteve constante entre as idades de 28 e 90 dias, e aumentou na ordem de 44% entre as idades de 90 e 210 dias, o que corrobora com a hipótese de sua neoformação a partir da cura térmica e intensificação aos 7 meses. Pode-se notar também alterações discretas em outras fases



observadas, como a redução da portlandita, podendo também estar correlacionado ao seu consumo e participação na formação da etringita tardia.

#### **4 Conclusões**

A partir dos resultados obtidos e discussões apresentadas, as seguintes conclusões podem ser tomadas:

- a tendência de queda da resistência mecânica dos corpos de prova a partir da idade de 3 meses sugere que a etringita neoformada ocupou os poros da pasta e exerce esforços internos que levam ao início da fissuração da pasta de cimento;
- o aumento de massa observado nos corpos de prova até a idade de 90 dias indica relação com a neoformação da etringita tardia e a densificação dos poros, seguido pelo início de fissuração da pasta e consequente redução da densidade aparente do corpo de prova. Os índices de expansão observados também tendem ao mesmo fenômeno;
- as análises por MEV e DRX indicam aumento do volume de etringita tardia ao longo do tempo. Essa verificação vai de encontro com a tendência de aumento de massa vistas nos corpos de prova submetidos à cura térmica;
- o método de ensaio PLT-LVDT, em pastas de cimento, se mostrou apto para a verificação do dano caudado pela DEF em corpos de prova de pequenas dimensões. Notou-se que com pouca quantidade de cimento (cerca de 2 g por corpo de prova), foi possível analisar as características mecânicas, físicas e microestruturais dos corpos de prova frente ao avanço da DEF. Além disso, a análise mineralógica quantitativa feita em pasta pura aumenta a concentração de etringita detectada quantitativamente, em condições melhores que quando testadas em argamassas e concretos (contendo agregados), trazendo um melhor entendimento do comportamento do tipo de cimento frente à DEF.



## 5 Referências

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 16697**: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

BRAGANÇA, M. O. G. P. et al. Electrochemical impedance spectroscopy and ultrasound for monitoring expansive reactions and their interactions on cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 305, p. 124726, out. 2021.

BRONHOLO, J. L. **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 - Curitiba: Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento em parceria com o Instituto de Engenharia do Paraná, 2020.

HASPARYK, N. P.; KUPERMAN, S. C. Deterioração do concreto por reações expansivas. **Anais do XXXII - Seminário Nacional de Grandes Barragens SNGB**. Em: COMITÊ BRASILEIRO DE BARRAGENS – CBDB. Salvador: 2019.

HASPARYK, N. P.; SCHOVANZ, D.; KUPERMAN, S. C. **Método de Ensaio para a Avaliação do Potencial de Ocorrência da Etringita Tardia (DEF) em Concreto - Instrução Técnica ITGST004**. Goiânia: FURNAS, 2020.

HASPARYK, N. P. *et al.* **Recomendações técnicas para a prevenção da DEF e da fissuração térmica no concreto**. Ed. Kuperman, S.C & Hasparyk, N.P., São Paulo, 2023.

LANGOSKI, M. **Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em argamassas preparadas com diferentes tipos de cimento Portland**. Dissertação de Mestrado - Passo Fundo: Faculdade IMED, 2021.

MELO, R. H. R. Q. **Avaliação da formação da etringita tardia (DEF) em laboratório e monitoramento de concretos no tempo**. Dissertação de Mestrado - Passo Fundo: Faculdade IMED, 2021.

MELO, S. K. D. **Estudo da formação da etringita tardia em concreto por calor de hidratação do cimento**. Dissertação de Mestrado - Goiânia: Universidade Federal de Goiás, 2010.

MIRANDA, D. DE C. **Estudo da formação de etringita tardia (DEF) em compósitos de cimento com e sem nanosílica**. Dissertação de Mestrado - Curitiba: Universidade Federal do Paraná, 2020.

OLIVEIRA, S. D. **Avaliação do potencial mitigador da sílica ativa e do metacaulim frente à formação de etringita tardia – DEF em concretos**. Dissertação de Mestrado—Goiânia: Universidade Federal de Goiás, 2022.



PORTELLA, K. F. *et al.* Multiple techniques of microstructural characterization of DEF: Case of study with high early strength Portland cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 311, p. 125341, dez. 2021.

PORTNIKOV, D.; KALMAN, H. Determination of elastic properties of particles using single particle compression test. **Powder Technology**, v. 268, p. 244–252, dez. 2014.

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

SCHOVANZ, D. **Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em concretos com cimento Portland pozolânico e de alta resistência**. Dissertação de Mestrado - Passo Fundo: Faculdade IMED, 2019.

SILVA, A. S.; GONÇALVES, A. F.; PIPA, M. Diagnosis and prognosis of portuguese concrete railway sleepers' degradation – A combination of ASR and DEF. **13th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete**. In: 13TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON ALKALI-AGGREGATE REACTION IN CONCRETE. Trondheim: 2008.

SILVA, N. V. DA. **Propriedades Mecânicas das Fases e seus Efeitos no Comportamento Mecânico do Concreto**. Tese de Doutorado - São Paulo: Universidade de São Paulo, 2022.

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