

UNIVERSIDADE DE TRÁS-OS-MONTES E ALTO DOURO

**Efeito da perda de massa nas propriedades de difusão e de
fratura em modo I dos geopolímeros**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Cristiana Maria Ferreira Vaz

Orientadores:

Amadeu Duarte da Silva Borges

Nuno Miguel Magalhães Dourado



Vila Real, 2014

UNIVERSIDADE DE TRÁS-OS-MONTES E ALTO DOURO

**Efeito da perda de massa nas propriedades de difusão e de
fratura em modo I dos geopolímeros**

Cristiana Maria Ferreira Vaz

Dissertação apresentada à Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, realizada sob a orientação científica do Professor Doutor Amadeu Duarte da Silva Borges e co-orientação científica do Professor Doutor Nuno Miguel Magalhães Dourado, ambos do Departamento de Engenharias da Escola de Ciências e Tecnologias da Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro.

Dezembro 2014

À memória do meu avô

Aos meus pais

À minha irmã.

Agradecimentos

Gostaria de aqui deixar uma palavra de gratidão e apreço a todas as pessoas que contribuíram para realização desta dissertação.

Ao Professor Amadeu Borges e ao Professor Nuno Dourado pela orientação, pela partilha de conhecimentos e pelo total apoio e disponibilidade demonstrados no decorrer da dissertação.

Ao Professor Nuno Cristelo pela sua importante colaboração, demonstrando sempre um grande interesse e disponibilidade em ajudar.

Expresso o meu profundo agradecimento à Mónica e ao Ernesto, que foram incansáveis, mostrando-se sempre disponíveis para ajudar nas mais diversas tarefas de laboratório.

Gostaria de manifestar a minha gratidão a todos aqueles que deram o seu contributo para a realização da dissertação, tenha sido ele no refinamento das cinzas, na produção dos provetes, nas pesagens, nos ensaios mecânicos ou através de qualquer outra ação: ao Zé Nando, à Ana Rosa, à Helóisa, ao Sr. Xavier, ao Sr. Armindo, à Paula, ao Fábio, ao David, ao Bruno, ao Rui Costa, ao Xavier e ao João.

Agradeço à Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro, que me proporcionou as condições necessárias para a realização da dissertação, disponibilizando-me materiais e equipamentos dos laboratórios de Engenharia Civil, de Ensaios Mecânicos e de Ciências Térmicas.

Também gostaria de aqui deixar um profundo sentimento de gratidão a todos aqueles que, pela sua amizade e companheirismo, fizeram destes 5 anos de universidade os melhores anos da minha vida. Aos “meus engenheiros”, aos “meus semelhantes”, aos “meus caloiros”, “ao pessoal de 2º ano”, aos meus amigos de Erasmus. Um agradecimento especial ao José Pedro Magalhães, à Diana Inês, ao Tiago Seixas, à Raquel Lopes e à Ana Rosa por tudo o que fizeram por mim.

Por fim, agradeço aos meus pais e à minha irmã o incentivo e apoio incondicional sempre manifestados ao longo dos meus estudos, sem os quais nada disto seria possível. A eles dedico este trabalho.

Um agradecimento à minha família que sempre se interessou e acompanhou os meus estudos.

Resumo

A degradação das propriedades mecânicas causada pela humidade em materiais de construção, como o betão, é um fator que concerne o tempo de vida útil de uma estrutura. Desta forma, importa estudar a migração da humidade nestes materiais, e determinar como a mesma afeta as propriedades de fratura.

Na presente dissertação pretende-se identificar as propriedades de difusão da humidade e as propriedades de fratura em modo I de uma categoria de geopolímeros reforçados com fibras e sujeitos à cura nas condições ambiente. Este material, que se encontra em fase de investigação e desenvolvimento, é caracterizado pela sua sustentabilidade e capacidade de substituir o cimento no betão. Utilizaram-se duas dimensões de provetes com o propósito de verificar se existe um efeito de escala nas propriedades.

Ambos os estudos, de difusão da humidade nos geopolímeros e de fratura, compreendem uma componente experimental e uma componente numérica.

Pela componente experimental, determinou-se a perda de massa M dos provetes com o tempo de cura, e, posteriormente, caracterizaram-se os mesmos (com diferentes teores de humidade entre si) à fratura em modo I, através do ensaio SEN-TPB, obtendo-se as curvas força-deslocamento (curvas $P-\delta$).

Nos estudos numéricos, tendo por base a informação experimental, recorreu-se ao modelo de Fick para identificar e validar as propriedades de difusão da humidade nos geopolímeros, aos modelos coesivos para se determinar os parâmetros de fratura da lei coesiva, e a um método baseado na teoria de vigas e no conceito de fenda equivalente (CBBM) para obter a evolução, com a perda de massa, das curvas de *Resistência* (curvas- R) e da respetiva taxa crítica de libertação de energia, G_F .

A reprodutibilidade entre os resultados experimentais e numéricos não foi aceitável para o estudo da difusão devido às condições de cura instáveis que não permitiram a determinação das propriedades de difusão; no entanto, mostrou-se satisfatória na identificação das propriedades de fratura. Dos resultados obtidos concluiu-se que, para ambas as dimensões, G_F aumenta linearmente com o aumento da perda de humidade, aproximadamente na mesma proporção.

Palavras-chave: geopolímeros reforçados com fibras; perda de humidade; fratura em modo I; modelo de Fick; modelos coesivos; taxa crítica de libertação de energia.

Abstract

The degradation of mechanical properties caused by moisture in construction materials, such as concrete, is a factor concerning the useful life of a structure. Therefore, the study of moisture migration in these materials is justified, also to determine how it affects the fracture properties.

The present dissertation intends to identify the moisture diffusion properties and the fracture properties in mode I loading of a category of fibre reinforced geopolymers cured at room conditions. This is a material that is still under research and development, characterized for its sustainability and capacity to replace the cement in concrete. Two dimensions of specimen were used to verify whether a size effect exists in its properties.

Both moisture diffusion and fracture studies in geopolymers comprise an experimental and numerical component.

Weight loss was experimentally determined during the specimens curing time. Later on, those specimens were submitted to fracture under mode I loading (SEN-TPB test), under different moisture loss levels to obtain load-displacement curves.

Finite element modelling was used on the basis of the experimental data, applying the Fick's model to identify and validate moisture diffusion properties in geopolymers. Cohesive parameters were determined using an inverse method, as to replicate the experimental behaviour observed in the experimental work. Then, a data reduction scheme based on beam theory and crack equivalent concept (CBBM) was used to obtain the *Resistance* curve (*R*-curve) and the corresponding critical energy release rate G_F . This procedure allowed determining the evolution of G_F with the weight loss.

The numerical-experimental agreement was not acceptable in the diffusion study due to unstable curing conditions, which do not allow determining the diffusion properties. However, satisfactory agreement was achieved in the identification of fracture properties.

The obtained results showed a linear increase of G_F with the moisture loss, approximately in the same proportion in both tested specimen sizes.

Keywords: Fibre reinforced geopolymers; moisture loss; mode I fracture; Fick's model; cohesive zone models; critical energy release rate.

Resumé

La dégradation des propriétés mécaniques causée par l'humidité dans des matériaux de construction, comme le béton, est un facteur que concerne le temps de vie utile d'une structure. Donc, c'est important d'étudier la migration de l'humidité en ces matériaux et déterminer son effet dans les propriétés de rupture.

La présente dissertation prétend identifier les propriétés de diffusion de l'humidité et les propriétés de rupture en mode I, dans une catégorie de géopolymères renforcés avec des fibres, exposé à la cure en conditions ambiances. Ce matériau, qu'est toujours en phase d'investigation et de développement, est caractérisé par sa durabilité et capacité de remplacer le ciment dans le béton. On a utilisé deux dimensions d'éprouvettes en ayant l'intention de vérifier s'il existe un effet d'échelle dans les propriétés de rupture.

Toutes les deux études de diffusion de l'humidité dans les géopolymères et de rupture, sont composées par une partie expérimentale et une partie numérique.

Pour la partie expérimentale, on s'est intéressé par la détermination de la perte de l'humidité des éprouvettes avec le temps de cure. Puis, ces éprouvettes ont été caractérisées à la rupture en mode I en les essayant sur la base de la SEN-TPB (avec différentes teneurs d'humidité), pour obtenir les courbes force-déplacement.

Dans les études numériques, en ayant pour base l'information expérimentale, s'est utilisé le modèle de Fick pour identifier et valider les propriétés de diffusion de l'humidité dans les géopolymères, les modèles cohésifs pour déterminer les paramètres de la loi cohésive et à une méthode fondée sur la théorie des poutres et le concept de la fissure équivalente (CBBM) pour obtenir l'évolution de la courbe de Résistance (courbes-R) et du respectif taux de restitution critique d'énergie (G_F), avec la perte de masse.

La reproductibilité entre les résultats numériques et expérimentaux n'a pas été acceptable pour l'étude de diffusion à cause des conditions d'ambiances instables, que n'a pas permis la détermination des propriétés de diffusion ; cependant, s'est présenté satisfaisant à l'écart des propriétés de rupture. Les résultats obtenus ont permis de conclure que G_F augmente avec l'accroissement de la perte de l'humidité.

Mots clés : géopolymères renforcés avec fibres ; perte de l'humidité ; rupture en mode I ; Modèle de Fick ; modèles cohésifs ; taux de restitution d'énergie critique de rupture.

Índice

Agradecimentos	iv
Resumo	v
Abstract	vi
Resumé	vii
Índice	viii
Lista de figuras	xi
Lista de tabelas	xv
Nomenclatura	xvi
Abreviaturas	xviii

CAPÍTULO I

Introdução	1
1.1. Geopolímeros	2
1.2. Água nos geopolímeros	3
1.3. Secagem	4
1.4. Modos puros de propagação	6
1.5. Condições experimentais	7
1.5.1. Materiais utilizados	8
1.5.1.1. Cinzas volantes	8
1.5.1.2. Ativador alcalino	9
1.5.1.3. Fibras	11
1.5.1.4. Outros possíveis constituintes da mistura	12
1.5.2. Condições de cura ou de secagem	12
1.5.3. Geometria e dimensão dos provetes	15
1.5.4. Ensaio de fratura	16

CAPÍTULO II

Procedimento experimental	19
2.1. Produção dos provetes	19
2.2. Registo da temperatura, pesagens e ensaios de fratura	31
2.2.1. Registo da temperatura	31
2.2.2. Pesagens	31

2.2.3.	Preparação dos ensaios SEN-TPB	34
CAPÍTULO III		
Resultados experimentais		38
3.1.	Temperatura registada	38
3.2.	Perda de massa durante a cura	40
3.2.1.	Tendo em conta as condições ambiente do laboratório	41
3.2.2.	Tendo em conta a dimensão dos provetes	43
3.2.3.	Tendo em conta a localização dos provetes na cura	46
3.3.	Curvas $P-\delta$	49
CAPÍTULO IV		55
Modelação numérica		55
4.1.	Modelo da difusão de humidade	55
4.1.1.	Leis da difusão	56
4.1.2.	Analogia entre as variáveis da transferência de calor e da difusão	58
4.1.3.	Propriedades e condições da difusão	59
4.1.4.	Simulação numérica	60
4.1.4.1.	<i>Software</i> ANSYS	60
4.1.4.2.	Etapas do código	60
4.1.4.3.	Casos de estudo	63
4.1.4.3.1.	Influência do tipo de elemento finito	63
4.1.4.3.2.	Influência do grau de refinamento da malha	65
4.2.	Modelo de Fratura	69
4.2.1.	Modelos coesivos	69
4.2.2.	Método CBBM	73
4.2.2.1.	Descrição do procedimento	73
4.2.2.2.	Validação do método de calibração da flexibilidade (CBBM)	77
4.2.2.2.1.	Modelo numérico	77
4.2.2.2.2.	Curvas força-deslocamento ($P-\delta$)	79
4.2.2.2.3.	Curvas- R	81
CAPÍTULO V		
Discussão dos resultados		83

5.1.	Propriedades da difusão	83
5.2.	Propriedades da fratura	88
5.2.1.	Curvas $P-\delta$	88
5.2.2.	Curvas- R da 1ª campanha de ensaios	93
5.2.3.	Curvas- R da 2ª campanha de ensaios	99
5.3.	Perda de massa M vs $G_{F\text{-numérica}}$	102

CAPÍTULO VI

Conclusões	105
-------------------	------------

Referências	109
--------------------	------------

Lista de figuras

Figura 1.1 - Curva característica da secagem: perda de massa do provete em função da raiz quadrada do tempo de secagem.	5
Figura 1.2 - Ilustração dos modos puros de fratura: (a) - Modo I; (b) - Modo II; (c) - Modo III.	7
Figura 1.3 - Esquema do ensaio SEN-TPB.	18
Figura 2.1 - Processo manual de refinamento das cinzas.	20
Figura 2.2 - Etapas elucidativas da sequência de refinamento das cinzas.	20
Figura 2.3 - Fibras agrupadas (à esquerda) e fibras separadas (à direita).	21
Figura 2.4 - Provetes preliminares.	22
Figura 2.5 - Processo de construção dos moldes.	22
Figura 2.6 - Moldes devidamente instrumentados antes da colocação da mistura.	23
Figura 2.7 - Posição da pedra ao centro do molde.	23
Figura 2.8 - Construção do termopar: ligação dos fios metálicos ao conector, com o auxílio do íman.	24
Figura 2.9 - Peça de auxílio no posicionamento e fixação dos termopares.	25
Figura 2.10 - Peça de auxílio no posicionamento do termopar, a ser retirada.	25
Figura 2.11 - Posicionamento do termopar, com o referido desnível.	26
Figura 2.12 - Ligações ao <i>data logger</i> .	26
Figura 2.13 - Produção do ativador.	27
Figura 2.14 - Adição do ativador (à esquerda) e das fibras (à direita).	27
Figura 2.15 - Colocação da mistura no interior dos moldes; remoção do seu excedentário.	29
Figura 2.16 - Moldes cobertos com plástico, para a água não evaporar.	29
Figura 2.17 - Alisamento da superfície dos provetes.	30
Figura 2.18 - Provetes desmoldados.	30
Figura 2.19 - Curva característica da secagem.	31
Figura 2.20 - Procedimento na pesagem.	33
Figura 2.21 - Marcações dos apoios e do entalhe inicial.	34

Figura 2.22- (a) Marcações nos provetes; (b) Criação do entalhe por serragem.	34
Figura 2.23- Esquema ilustrativo da rotação do provete.	35
Figura 2.24- (a) Apoio simples e respetivas partes constituintes; (b) Atuador.	36
Figura 2.25- Processo de colocação do provete e ajustamento dos apoios.	36
Figura 2.26- Configuração do ensaio SEN-TPB; início do ensaio.	37
Figura 3.1- Evolução da temperatura com o tempo, para os provetes H3-A e H2-A.	39
Figura 3.2- Resultados experimentais da perda de massa dos provetes da 1ª campanha de ensaios.	40
Figura 3.3- Resultados experimentais da perda de massa dos provetes da 2ª campanha de ensaios.	41
Figura 3.4- Perda de humidade em função das condições de secagem.	43
Figura 3.5- Enquadramento espacial dos provetes no laboratório.	47
Figura 3.6- Posicionamento dos provetes, durante a secagem.	47
Figura 3.7- Curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente para os provetes H3 da 1ª campanha de ensaios.	49
Figura 3.8- Curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente para os provetes H3 da 2ª campanha de ensaios.	49
Figura 3.9- Curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente para os provetes H2 da 1ª campanha de ensaios.	50
Figura 3.10- Curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente para os provetes H2 da 2ª campanha de ensaios.	50
Figura 3.11 - Comparação entre as curvas $P-\delta$, dos provetes H3-: (a) A; (b) B; (c) C; (d) D.	52
Figura 3.12 - Comparação entre as curvas $P-\delta$, dos provetes H2-: (a) A; (b) B; (c) C; (d) D.	52
Figura 3.13 - Propagação da fenda durante o ensaio de fratura, salientando-se a presença das fibras.	53
Figura 3.14 - Provede após atingir a rotura (a) apoiado pelos blocos de madeira e apoios; (b) pormenor da ponte de fibras na abertura da fenda.	54
Figura 3.15 - Distribuição das fibras, na secção de fratura do provete.	54
Figura 4.1- Resultados obtidos para os diferentes tipos de EF.	64
Figura 4.2- Resultados obtidos para os diferentes refinamentos da malha numérica.	65
Figura 4.3- % de Erro da Me em função do refinamento da malha.	66
Figura 4.4- Grau de refinamento da malha aplicada ao provete H3.	67
Figura 4.5- Resultados obtidos para diferentes refinamentos em provetes H2.	68
Figura 4.6- FPZ na extremidade da fenda de um material quase-frágil.	70

Figura 4.7- Zona Coesiva e Modelo de dano de Petersson.	71
Figura 4.8- Curva de Resistência típica. (Adaptado [37]).	72
Figura 4.9- Ensaio SEN-TPB	74
Figura 4.10- Representação do ensaio SEN-TPB e notação usada.	74
Figura 4.11- Malha de elementos finitos do ensaios SEN-TPB, destacando-se os elementos coesivos ao centro do provete e o apoio.	78
Figura 4.12- Acordo numérico-experimental conseguido para o provete H3-A.	79
Figura 4.13- Lei bilinear do dano representativa do provete H3-A.	80
Figura 4.14- Curvas-R obtidas para vários valores de β , pelo procedimento de validação do CBBM.	81
Figura 5.1- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H3-1ª campanha, utilizando diferentes D .	84
Figura 5.2- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H2-1ª campanha, utilizando diferentes D .	84
Figura 5.3- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H3-2ª campanha, utilizando diferentes D .	85
Figura 5.4- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H2-2ª campanha, utilizando diferentes D .	85
Figura 5.5- Exemplos de curvas numéricas, para diferentes M_e , t_e e D .	87
Figura 5.6- Acordos numérico-experimentais obtidos para os provetes H3:(a)-A;(b)-B;(c)-C;(d)-D.	88
Figura 5.7- Acordos numérico-experimentais obtidos para os provetes H2:(a)-A;(b)-B;(c)-C;(d)-D.	89
Figura 5.8- Leis bilineares do dano para os provetes H3.	91
Figura 5.9- Leis bilineares do dano para os provetes H2.	91
Figura 5.10- Curvas-R e extensão da zona coesiva normalizada para os provetes H3 da 1ª campanha de ensaios.	95
Figura 5.11- Curvas-R e extensão da zona coesiva normalizada para os provetes H2 da 1ª campanha de ensaios.	96
Figura 5.12- Variação da extensão da zona coesiva para os provetes H3 e H2, com o tempo de cura.	97
Figura 5.13- Variação do erro $G_{F\text{-numérica}}/G_{F\text{-experimental}}$ e da $l_{CZ\text{-máx}}/0.85H$ com o tempo de cura, para os provetes H3.	98
Figura 5.14- Variação do erro $G_{F\text{-numérica}}/G_{F\text{-experimental}}$ e da $l_{CZ\text{-máx}}/0.85H$ com o tempo de cura, para os provetes H2.	98
Figura 5.15- Curvas-R obtidas para os provetes H3 da 2ª campanha de ensaios.	101

Figura 5.16- Curvas- <i>R</i> obtidas para os provetes H2 da 2ª campanha de ensaios.	101
Figura 5.17- Distribuição da humidade no centro dos provetes com tempo de cura de (dias): (a)- 1; (b)-5; (c)-8; (d)-14; (e)-54.	102
Figura 5.18- Variação de $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para todos os provetes H3.	103
Figura 5.19- Variação de $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para todos os provetes H2.	103
Figura 5.20- Variação de $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para todos os provetes.	104

Lista de tabelas

Tabela 1.1- Medidas dos provetes, configurados para o ensaio SEN-TPB.	18
Tabela 2.1- Quantidades da mistura contabilizando 7% de perdas.	28
Tabela 3.1- Temperaturas e humidades relativas médias durante a secagem.	42
Tabela 3.2- Valores de perda de massa e redução do conteúdo inicial de água, para os diferentes tempos de secagem.	44
Tabela 3.3- Relação entre as características dimensionais dos provetes.	44
Tabela 3.4- Razão H2/H3 da % de redução de água.	45
Tabela 3.5- Provetes ordenados da maior para a menor perda de massa.	48
Tabela 3.6- Valores de P_u , R_i e E para todos os provetes.	51
Tabela 4.1- Analogia entre as propriedades de transferência de calor e as propriedades de difusão, a introduzir no ANSYS.	58
Tabela 4.2- Erro entre a M_e numérica e a M_e experimental, para os diferentes EF.	64
Tabela 4.3- Erro da M_e numérica em relação à M_e experimental.	66
Tabela 4.4- Parâmetros coesivos do provete H3-A.	80
Tabela 5.1- Resumo dos valores introduzidos no código para cada conjunto de provetes.	83
Tabela 5.2- Razão entre $P_{patamar}$ e P_u , para os provetes da 1ª campanha de ensaios.	90
Tabela 5.3- Parâmetros coesivos para os diferentes provetes da 1ª campanha de ensaios.	90
Tabela 5.4- Contribuição percentual dos fenómenos de amaciamento para a $G_{F-experimental}$.	92
Tabela 5.5- Tabela resumo dos resultados obtidos para os provetes da 1ª campanha de ensaios.	94
Tabela 5.6- Resumo dos resultados obtidos para os provetes da 2ª campanha de ensaios.	99

Nomenclatura

a_c	Comprimento crítico de fenda equivalente
a_e	Comprimento de fenda equivalente
a_{num}	Comprimento de fenda numérico
a_u	Comprimento de fenda equivalente para P_u
a_0	Comprimento de fenda inicial
b	Distância entre o entalhe inicial e o centro do provete
B	Espessura do provete
c_p	Calor específico
C	Flexibilidade
C_{sat}	Concentração de saturação
D	Coefficiente de Difusão
e	Espessura do provete
E	Módulo de elasticidade (Young)
f	Tensão
f_b	Tensão coesiva no ponto de inflexão
f_t	Tensão coesiva máxima
G_{fb}	Energia de fratura devido à ponte de fibras
$G_{f\mu}$	Energia de fratura devido à micro-fissuração
G_F	Energia de fratura (coesiva) ou taxa crítica de libertação de energia
$G_{F-experimental}$	Energia de fratura (coesiva) introduzida na lei coesiva
$G_{F-numérica}$	Taxa crítica de libertação de energia
G_I	Taxa de libertação de energia
H	Altura do provete
HR	Humidade relativa
k	Condutividade térmica
l_{CZ}	Extensão da zona coesiva
L	Distância entre o apoio o local de propagação da fenda
m_i	Massa inicial do provete

m_t	Massa do provete no instante t
M	Perda de humidade
M_e	Perda de humidade no equilíbrio
P	Força (ou carga)
P_{patamar}	Força correspondente ao início do patamar da curva-R
P_u	Força máxima
R_i	Rigidez inicial à flexão
t_e	Tempo do equilíbrio da perda de massa
T	Temperatura
V	Volume
w	Abertura de fenda
w_b	Abertura de fenda devido à ponte de fibras
w_c	Abertura crítica de fenda
w_0	Abertura de fenda devido à micro-fissuração
W	Humidade
β	Fator de correcção multiplicativo
δ	Deslocamento
δW	Trabalho realizado pela carga P
∂	Derivada parcial

Abreviaturas

APDL	<i>ANSYS Parametric Design Language</i>
CBBM	<i>Compliance Based Beam Method</i> - Método de calibração da flexibilidade baseado na Teoria de Vigas e no conceito de fenda equivalente
EF	Elementos Finitos
FPZ	Zona de Processo de Fratura
GEE	Gases de efeito de estufa
H2	Provetes de dimensões $210 \times 60 \times 840 \text{mm}^3$
H3	Provetes de dimensões $140 \times 40 \times 560 \text{mm}^3$
LEFM	Mecânica da Fratura Linear Elástica
MEF	Método dos elementos finitos
RILEM	<i>Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux, systèmes de construction et ouvrages</i>
SEN-TPB	<i>Single Edge Notched beam loaded in Three-Point-Bending</i>
SRR	Zona livre de tensões (<i>Stress Relief Zone</i>)
UTAD	Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro

CAPÍTULO I

Introdução

O betão é um material poroso de vasto uso na indústria da construção. Este material é geralmente constituído por cimento, agregados e água. No entanto, a grande procura por betão tem desencadeado muitas preocupações, particularmente segundo uma perspetiva de sustentabilidade. Isto porque, na produção do cimento, seu constituinte, liberta-se uma grande quantidade de CO₂ para a atmosfera, estimando-se que a contribuição da produção mundial de cimento para as emissões totais de gases de efeito de estufa (GEE) seja de 6% [1].

Desta forma, o betão apresenta uma pegada ecológica muito pesada, tornando-se necessário investigar alternativas mais sustentáveis para a construção. Uma das alternativas encontradas foi a substituição do cimento por uma pasta geopolimérica [2], resultante da ativação alcalina de uma base sólida de materiais aluminossilicatos reativos, como é o caso das cinzas volantes.

Assim, reutilizar-se-ia um produto residual da combustão de combustíveis fósseis, o que, por um lado, permitiria o reaproveitamento de um resíduo obtido por um processo de forte impacto ambiental devido às elevadas emissões de GEE, e, por outro lado, evitaria o seu despojo, capaz de causar problemas ambientais de armazenamento e poluição [3].

Os geopolímeros encontram-se em fase de desenvolvimento, pelo que interessa proceder-se a mais investigação, no sentido de avaliar as suas propriedades mecânicas, térmicas, de difusão, químicas, etc., para entender a aplicabilidade real dos geopolímeros e em que extensão podem substituir o cimento.

Por conseguinte, no presente trabalho pretende-se identificar as propriedades de difusão da humidade e as propriedades de fratura em modo I de uma categoria de geopolímeros reforçados com fibras e sujeitos à cura nas condições ambiente. Para tal, recorreu-se a estudos numérico-experimentais referente à difusão e à fratura. Utilizaram-se duas dimensões

diferentes de provetes com o objetivo de averiguar se existe um efeito de escala em ambas as propriedades.

Sendo a humidade apontada como uma das principais causas de patologias das estruturas que empregam materiais de construção, afetando a sua durabilidade e estabilidade, um dos objetivos principais desta dissertação consiste em determinar o efeito da perda de humidade (durante a cura dos geopolímeros) num parâmetro fundamental da Mecânica da Fratura, que é a taxa crítica de libertação de energia ou energia de fratura, G_F .

Tenciona-se, igualmente, registar a temperatura da pasta geopolimérica nos estágios iniciais depois da sua produção, por forma a avaliar a sua evolução.

No presente capítulo introduzem-se os conceitos gerais da dissertação e apresenta-se a revisão bibliográfica de trabalhos já realizados nesta área e que fazem alusão aos parâmetros do procedimento experimental, como a composição dos geopolímeros, os seus processos de cura e ensaios de fratura.

1.1. Geopolímeros

Geopolímero é uma nova classe de materiais com características de cimento [4], que se encontra em fase de investigação e desenvolvimento. São caracterizados pelo seu baixo custo, pela sua fiabilidade e por serem mais sustentáveis do que o cimento Portland em termos de emissões de CO_2 durante a sua produção, e em termos de reaproveitamento de um resíduo industrial [5] [2].

O termo “geopolímeros” foi introduzido por Joseph Davidovits nos anos 70, para descrever uma família de pastas ou camadas de aluminossilicatos ativados alcalinamente (que reagem com um meio alcalino - pH superior a 7). As matérias-primas dos geopolímeros incluem 2 partes: sólidos aluminossilicatos reativos (como as cinzas volantes, caulinita - mineral de argila, escória, etc.) e a solução de ativação alcalina (normalmente uma solução de hidróxido e/ou silicato) [5].

Estes materiais têm boas qualidades mecânicas: elevada resistência, módulo de elasticidade, durabilidade e baixo encolhimento. No entanto apresentam uma fratura frágil, como os materiais cerâmicos.

Derivados de materiais naturais, e pelo facto de poderem ser preparados à temperatura ambiente, os geopolímeros não emitem grandes níveis de CO₂ como acontece com o cimento Portland [6].

Contudo, para adquirirem a resistência e forma desejada, os geopolímeros devem ser sujeitos a tratamento térmico nos tempos iniciais de cura, o que resulta numa pior análise ambiental e económica dos mesmos [2].

1.2. Água nos geopolímeros

Em todos os sistemas de interesse, neste caso nos geopolímeros, a água desempenha um papel importante pelo que a sua mobilidade dentro do sistema tem importância.

A água está presente nos geopolímeros por intermédio do ativador alcalino, uma vez que a mesma é utilizada para dissolver os cristais de hidróxido de sódio, e a sua presença está inicialmente relacionada com a trabalhabilidade da mistura fresca. Todavia, no modelo de Davidovits a água atua como o meio e também participa em várias reações durante a formação do geopolímero, como a dissolução e policondensação [2].

De um modo geral, a água num sistema pode ser classificada como água livre ou água ligada. As moléculas de água que estão relativamente “livres” para se movimentarem através dos “microvazios” e poros são identificadas como água livre; quanto às moléculas de água dispersas e ligadas à matriz do material são designadas de água ligada [6].

A água livre é muito mais fácil de remover do que a água ligada, uma vez que exhibe uma maior capacidade de movimentação, em função do grau de porosidade do material (quanto maior a porosidade, maior a facilidade de movimentação da água).

Alguns investigadores têm manifestado interesse sobre o efeito da água na resistência final dos geopolímeros. Nos seus estudos [2], concluíram que um menor conteúdo de água permite obter uma estrutura mais compacta e um maior desenvolvimento da resistência. O recurso a superplastificantes permite a redução do teor de água.

Também concluíram que a redução da humidade interna deste material durante a cura facilita o ganho da resistência.

Nos vários estudos analisados, utilizaram-se razões mássicas de 0.06 a 0.345 entre a quantidade de água e a de cinzas, com preferência para valores na ordem dos 0.3.

1.3. Secagem

A secagem é o processo de transferência de massa que consiste na remoção de água (humidade) por evaporação, para se obter um produto sólido.

A secagem pode ser natural (às condições atmosféricas) ou artificial (em estufas, onde são controladas as condições de secagem, como a temperatura, a humidade relativa do ar, etc.).

Quando um provete hidratado é sujeita à secagem, dois fenómenos de natureza transiente ocorrem simultaneamente:

- **a transferência de calor** - por convecção, condução e/ou radiação - do ambiente envolvente (normalmente o ar), para evaporar a humidade à superfície do provete. Este fenómeno é regido pelas condições do ambiente envolvente;
- **a migração da humidade do interior para a superfície do provete**, e a sua consequente evaporação devido ao fenómeno referido anteriormente. A migração de humidade é principalmente controlada pelas propriedades do material.

De seguida vai fazer-se uma breve alusão aos dois fenómenos.

Em relação ao primeiro, a remoção da água à superfície do material depende da área do provete exposta à secagem, assim como das condições externas de temperatura, humidade relativa, fluxo e pressão do ar.

O ar, que é uma mistura de vapor de água e ar seco (ar sem humidade), pode suportar apenas uma certa quantidade de humidade a uma determinada temperatura. A razão entre a quantidade de humidade que o ar contém e a quantidade máxima de humidade que o ar pode conter à mesma temperatura é denominada de humidade relativa (*HR*), a qual varia entre 0 para o ar seco e 100% para o ar saturado (ar que não pode reter mais humidade).

Assim, a humidade relativa do ar, HR , é uma medida da sua capacidade em absorver humidade. Quanto menor for HR , maior a quantidade de humidade que poderá ainda ser absorvida pelo ar, e maior o gradiente que rege a taxa de evaporação da água. O aumento da temperatura provoca a diminuição da HR , e conseqüentemente, o aumento da sua capacidade de absorção de humidade. Estes fenómenos podem ser aprofundados na psicrometria.

As condições externas da secagem são particularmente importantes nos estágios iniciais do processo. Uma evaporação inicial excessiva pode causar elevados gradientes de humidade do interior para a superfície do provete, resultando num encolhimento excessivo, o que pode causar danos.

Na fase inicial da secagem, a remoção da água não ligada à superfície do provete provoca uma perda de massa significativa. Contudo, a partir de um certo instante t_e , a perda de massa começa a tender para um valor M_e , indicando que o provete não irá perder mais humidade às condições de secagem a que se encontra. Diz-se que se atingiu o equilíbrio. Estas duas fases podem ser observadas na curva característica da secagem (Figura 1.1). Esta curva é obtida experimentalmente, quando o provete se encontra sob condições constantes de temperatura e HR .

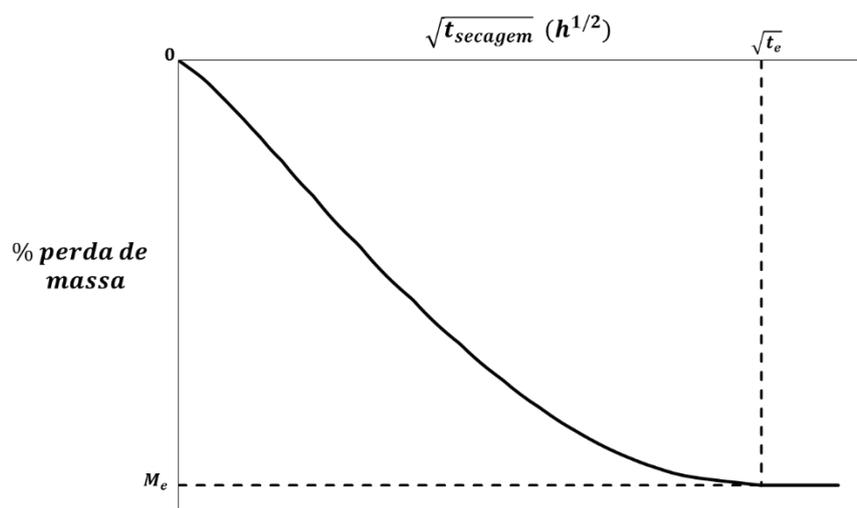


Figura 1.1 - Curva característica da secagem: perda de massa do provete em função da raiz quadrada do tempo de secagem.

No que diz respeito ao segundo processo (transferência da humidade), o movimento da humidade no interior do provete é em função da natureza física do material, da sua temperatura e da concentração de humidade.

Quando um provete inicialmente hidratado (ou seja, com uma concentração elevada de humidade) está em contacto com um ambiente desidratante (com baixa concentração de humidade), as superfícies exteriores expostas a essas condições desidratantes vão ceder parte da sua humidade por evaporação, devido à transferência de calor do ambiente envolvente. Consequentemente, a concentração de água à superfície vai diminuir com o tempo, originando um desequilíbrio na integridade do provete.

É de conhecimento geral que quando existe o desequilíbrio de uma grandeza num meio, a tendência natural é caminhar-se no sentido de se obter o equilíbrio. Assim, existindo uma concentração de água inferior à superfície, as moléculas de água no interior do provete vão movimentar-se em direção à superfície de modo a colmatar esse desequilíbrio. A esse movimento da humidade de uma zona de alta concentração para outra de baixa concentração chama-se transferência de massa ou difusão.

Desta forma, a secagem é um processo de transferência simultânea de calor e de massa.

1.4. Modos puros de propagação

Na Mecânica da Fratura reconhecem-se três modos puros de propagação de uma fenda (modo I, modo II e modo III), conforme a natureza da solitação aplicada a uma estrutura pré-entalhada. Segundo a convenção, designa-se por modo I (ou modo de abertura) o modo de fratura que induz tensões normais de tração, capazes de promover a separação simétrica das superfícies de fratura, em relação aos planos x_1x_2 e x_1x_3 . Atribui-se a designação de modo II (ou modo de corte no plano) quando são instaladas tensões de corte que induzem o deslocamento relativo das superfícies de fratura ao longo do plano da fenda (plano x_1x_3). Tal como se pode observar na Figura 1.2, a separação entre as superfícies fraturadas ocorre de forma simétrica em relação ao plano x_1x_2 , e anti-simétrica em relação ao plano x_1x_3 . Por fim, no modo III (modo de corte fora do plano) também ocorre um movimento relativo de

deslizamento entre as superfícies de fratura, devido a tensões de corte. Contudo, a separação das duas superfícies ocorre de forma anti-simétrica, relativamente aos planos x_1x_2 e x_1x_3 .

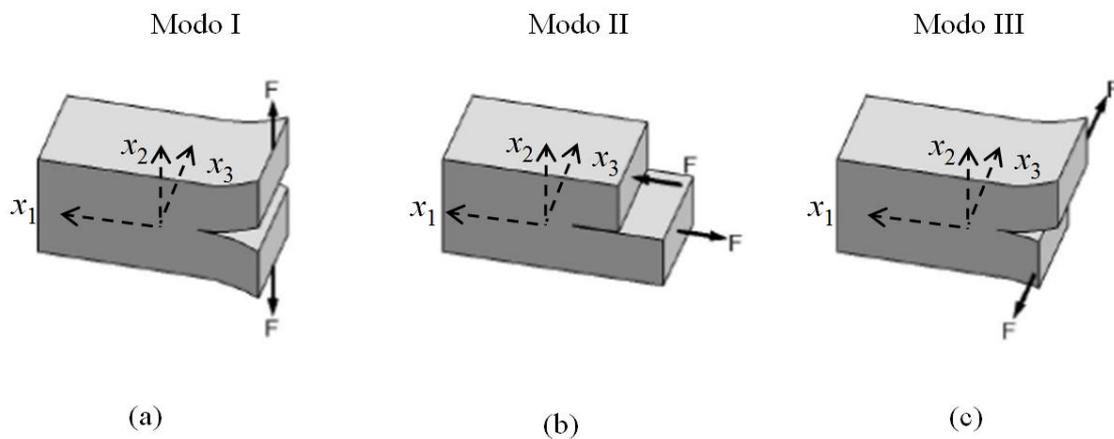


Figura 1.2 - Ilustração dos modos puros de fratura: (a) - Modo I; (b) - Modo II; (c) - Modo III.

Importa referir que estes modos de propagação podem surgir isoladamente ou de uma forma combinada, sendo dessa forma designada fratura em modo misto.

Na presente dissertação os provetes apenas foram sujeitos à solitação em modo I.

1.5. Condições experimentais

Neste subcapítulo apresentam-se informações sobre materiais constituintes dos geopolímeros, condições de cura (ou de secagem) e métodos dos ensaios de fratura, as quais foram recolhidas em diversas investigações relacionadas com este material. Pretende-se exibir fundamentos que sustentem algumas das escolhas adotadas no procedimento experimental desta dissertação.

Paralelamente, referir-se-á no final de cada tópico de interesse quais os meios e/ou métodos utilizados neste trabalho experimental.

1.5.1. Materiais utilizados

Entre os materiais utilizados para a produção dos geopolímeros, encontram-se a base sólida – as cinzas -, a solução alcalina e as fibras.

1.5.1.1. Cinzas volantes

As cinzas volantes são definidas como um pó fino que tem propriedades pozolânicas, surgindo assim como uma fonte de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) para os geopolímeros. As cinzas são produtos residuais obtidos em centrais termoelétricas, através da precipitação das partículas de pó contidas nos gases de combustão.

De acordo com a norma ASTM: C618-12a, as cinzas distinguem-se em 2 categorias: cinzas de baixo teor em cal ($\text{CaO} < 10\%$) também denominadas cinzas de classe F, e cinzas de alto teor em cal ($\text{CaO} > 10\%$) denominadas cinzas de classe C [1].

As cinzas de classe F têm geralmente baixo teor de cal e apresentam melhor combinação de silício e alumínio do que as cinzas de classe C. Por seu turno, as cinzas de classe C contêm elevado teor de cal, possuindo boas características para o endurecimento rápido (quanto maior é o teor de cal, mais rápido é o desenvolvimento da resistência e endurecimento).

Concluiu-se em estudos prévios que as cinzas de classe F são bons recursos para os geopolímeros [4], observando-se que esta classe de cinzas foi a mais selecionada nos vários artigos analisados sobre geopolímeros. A razão deve-se ao facto destas cinzas com baixo teor em cal possuírem melhores propriedades de ligação em relação às cinzas de classe C (que podem interferir com a taxa de polimerização do material e alterar a sua microestrutura) [3].

A reatividade da cinza com a solução alcalina depende da sua composição e do tamanho da sua partícula. A ativação mecânica das cinzas, que resulta na diminuição do tamanho da partícula, aumenta a reatividade das cinzas, melhorando as propriedades mecânicas dos geopolímeros [7], [8].

- **Metodologia experimental da dissertação**

Nesta dissertação utilizaram-se as duas classes de cinzas: cinzas de classe F (80% da quantidade total de cinzas) e cinzas de classe C (20% da quantidade total de cinzas). Optou-se por utilizar 20% de cinzas de classe C, uma vez que estas permitem um endurecimento mais rápido da mistura devido à presença de cal.

1.5.1.2. Ativador alcalino

O ativador alcalino é uma solução química que desempenha uma função importante na dissolução da sílica e da alumina presentes nos materiais aluminosilicatos reativos (que é o caso da cinza). Os ativadores alcalinos mais comuns são o hidróxido de sódio (NaOH), o hidróxido de potássio (KHO), o silicato de sódio (Na_2SiO_3) e o silicato de potássio (K_2SiO_3).

Estudos realizados concluíram que o hidróxido de sódio (NaOH) é melhor que os outros ativadores para a ativação das cinzas, na produção de geopolímeros, e que a adição de silicato de sódio (Na_2SiO_3) ao ativador (em vez de se utilizar apenas NaOH) permite obter melhores resultados na resistência mecânica. No entanto, o Na_2SiO_3 na forma líquida apresenta melhor desempenho do que na forma de pó [4], [9].

O ativador mais utilizado nas investigações analisadas correspondeu à combinação de NaOH e de Na_2SiO_3 . As razões mássicas mais adotadas entre NaOH e Na_2SiO_3 foram de 0,25 [3], 0,4 [9], [10] e 0,5 [4], [11].

A concentração de NaOH, que possui um papel importante no processo de dissolução (da sílica e da alumina da cinza), é um parâmetro a ponderar para o grau de ligação das partículas sólidas na estrutura final dos geopolímeros na fase aquosa, e também para os valores da sua resistência. Alguns estudos referem que este parâmetro tem maior influência na resistência do que a temperatura ou o tempo de cura [4].

A concentração da solução de NaOH depende da quantidade de água utilizada para dissolver os cristais de NaOH. Quanto maior for a quantidade de água, menor será a concentração da solução de NaOH. Estudos comprovaram que o conteúdo de água tem um impacto importante no ganho de resistência dos geopolímeros: um menor conteúdo de água (ou seja, maior a concentração de NaOH) está associado a um maior desenvolvimento da resistência e a uma estrutura mais compacta [12]. A razão para que tal aconteça talvez se deva

ao facto de que uma maior concentração de NaOH é mais efetiva na dissolução das partículas das cinzas e pode resultar numa melhor geopolimerização [4]. Normalmente o conteúdo de água ótimo para manter o nível de concentração de NaOH aceitável é menor do que o conteúdo de água necessário para se obter a trabalhabilidade e homogeneização adequada. Uma alternativa para a redução da quantidade de água e para o aumento da trabalhabilidade do provete é a adição de superplastificantes; no entanto o uso deste componente deve ser alvo de mais investigação [9], [11].

Entre as diferentes soluções de NaOH, foram usadas concentrações compreendidas entre 3 e 15 molal (unidade química para a concentração molar, que expressa a razão entre o número de moles do soluto e a massa do solvente), com particular incidência para os valores de 10 - 13 molal. Uma concentração de 10 molal é adequada para a síntese de geopolímeros compostos por cinzas [4].

A preparação da solução de NaOH deve ser realizada pelo menos 24h antes da produção dos geopolímeros, de modo a que a solução seja o mais homogénea possível [8].

Em relação à quantidade de ativador utilizado, no estudo [16] optou-se por colocar a massa de ativador igual à massa de cinzas; contudo, em grande parte dos estudos analisados a razão mássica ativador/cinzas variou entre 0,3 e 0,46 [2], [9], [10], [13].

- **Metodologia experimental da dissertação**

O ativador utilizado no presente trabalho experimental será constituído por 2/3 em massa da solução de hidróxido de sódio (NaOH) com concentração de 12.5 molal e 1/3 de silicato de sódio (Na_2SiO_3) no estado líquido.

Para se obter esta concentração de NaOH, adicionou-se água aos cristais, na proporção de 2:1 em massa.

A solução de NaOH foi produzida manualmente, como se irá referir no capítulo 2.

A quantidade de ativador empregue na mistura correspondeu a 1,4 da massa total das cinzas.

1.5.1.3. Fibras

O uso de fibras em geopolímeros tem como objetivo superar a fratura frágil característica destes materiais [6], inibir a iniciação e a propagação do dano, promovendo assim o aumento da tenacidade à fratura da matriz frágil através do efeito de ponte de fibras, durante a micro e macro fratura da matriz.

No início da macro fratura, o efeito de ponte de fibras inibe a abertura e o aumento da fenda, promovendo um aumento da energia necessária para que a mesma se propague. O comportamento elástico da matriz não é afetado significativamente por baixas frações volumétricas de fibras, no entanto o comportamento pós-fissuração pode ser modificado expressivamente, com aumentos de resistência, amaciamento e durabilidade do material.

Vários estudos concluíram que compósitos reforçados com fibras são mais eficientes do que outros compósitos [10].

Em [6] utilizaram-se fibras de tecido de algodão no reforço de geopolímeros, com proporções de 4,5, 6,2 e 8,3% em massa. Pretendia-se investigar o efeito da absorção de água nas propriedades mecânicas, como função do teor de fibras. Concluiu-se que a presença destas fibras de algodão nos geopolímeros aumentou significativamente as propriedades mecânicas (como a resistência à flexão, dureza, tenacidade à fratura). Também se observou um aumento da absorção de água com o aumento do conteúdo de fibras.

As fibras têm sido igualmente solicitadas para estudos do seu efeito noutros materiais, como por exemplo o solo [14]. Na referida investigação, utilizaram-se fibras de polipropileno de comprimentos 12,9 e 49,56 mm para as percentagens de 0,1 e 0,2%. Verificou-se também que a utilização de fibras permite um bom reforço do material. No entanto, não é adequado utilizar-se uma quantidade de fibras relativamente elevada, pois, para além de diminuir a trabalhabilidade, pode ocorrer uma distribuição desigual das fibras devido à aderência entre elas (formando nós).

- **Metodologia experimental da dissertação**

As fibras usadas nesta dissertação foram fibras de polipropileno. Estas fibras são caracterizadas por um diâmetro médio de $38\mu\text{m}$ e um comprimento de 12,9 mm. A quantidade mássica utilizada de fibras correspondeu a 0,1 % da quantidade total de cinzas.

1.5.1.4. Outros possíveis constituintes da mistura

Até ao momento, demonstrou-se interesse nas cinzas volantes resultantes da combustão de combustíveis fósseis, como o material sólido constituinte dos geopolímeros. No entanto, a base sólida dos geopolímeros pode ser composta por outros materiais residuais que contêm quantidades suficientes de sílica e alumina reativa, como por exemplo, cinzas da combustão de óleo de palma [1], escória granulada de altos-fornos [1], ou então pode ser composta por uma mistura de materiais residuais, como cinzas volantes e kaolinite (mineral argiloso) [12].

Em alguns estudos [1], [10], [13], [15] também se adicionaram agregados grossos e finos (geralmente areia do rio) à pasta geopolimérica, de modo a criar betões geopoliméricos e investigar a interação entre esta pasta alternativa ao cimento e os agregados frequentemente usados no betão “normal”.

Em [11], utilizou-se a tecnologia de produção de geopolímeros, isto é, cinzas volantes alcalinamente ativadas, para a melhoria das propriedades do solo granítico residual.

Por fim, também se fez recurso a superplastificantes [9], [10], de modo melhorar a trabalhabilidade dos geopolímeros e observar o efeito na sua resistência.

1.5.2. Condições de cura ou de secagem

Nesta dissertação, a secagem dos provetes geopoliméricos ocorrerá durante a sua cura. Por isso, sempre que se abordar o processo de “cura” está-se a referir também ao processo de “secagem”, e vice-versa.

Nos diferentes estudos analisados, as condições de cura adotadas para os geopolímeros diferenciaram-se em 4 parâmetros principais: temperatura, humidade relativa, intervalo de tempo até à desmoldagem e tempo de cura.

De um modo geral, entre os diversos tipos de cura utilizados, estão as:

- curas a temperaturas médias (30, 40 e 60°C) e elevadas (80, 90, 120°C) em intervalos de tempo curtos (2 - 24h);
- curas que sujeitaram os provetes a tratamentos térmicos de aquecimento ou arrefecimento durante um certo intervalo de tempo [1];

- curas às condições ambiente ao longo de vários dias;
 - ou então curas resultantes de combinações destes tipos mencionados anteriormente.
- Vários foram os autores interessados em utilizar estas curas mais complexas.

Para além disso, o tempo de desmolde também foi outra variável, a qual tomou valores entre as 12h, 24h, 3 dias e 5 dias.

A cura a temperaturas superiores à temperatura ambiente num tempo de cura precoce auxilia a reação química de geopolimerização [3], ajudando o material a adquirir uma forma e resistência adequada num menor intervalo de tempo [11]. A razão para tal, deve-se ao facto de as cinzas necessitarem de uma certa energia para ativarem, ou seja, é preciso ultrapassar a energia de ativação para a reação decorrer [2], [16]. No entanto, este tratamento térmico pode ser visto como um inconveniente ao nível da viabilidade, pois piora as análises económicas e ambientais do processo de produção de geopolímeros [2].

Contudo, a cura a temperaturas muito elevadas não é benéfica, uma vez que induz a criação de fendas [12]. Por isso, nas investigações examinadas, a temperatura mais usada nas curas com tratamento térmico foi a de 60°C (temperaturas superiores a 80°C podem ser prejudiciais [2]).

Em [2] concluiu-se que a redução da humidade interna dos provetes, conseguida através da dessecação (fenómeno de extrema secagem) ou da retirada do plástico que cobria os provetes (permitindo assim que a água evaporasse), facilitou o ganho de resistência.

Nesse mesmo estudo também se verificou que provetes com baixo teor inicial de água e sujeitos a baixas *HR* durante a cura às condições ambiente, podem obter valores da resistência comparáveis aos obtidos com provetes curados a temperaturas superiores. Esta conclusão revela potencial para se produzir geopolímeros reduzindo a quantidade de energia usada (referente à cura com temperaturas superiores).

Ainda quanto às condições de cura, os moldes, que foram preferencialmente de plástico [2], [7], [17] ou metal [4], [18], foram cobertos por plástico nos tempos de cura iniciais dos geopolímeros [2], [16], [19], para a água não evaporar.

Do até aqui exposto, verifica-se que um dos principais interesses que os autores manifestaram está relacionado com a influência das condições de cura nas propriedades mecânicas dos provetes. No entanto, pouca atenção foi dada ao processo de secagem em si, e

à forma como o mesmo afeta a perda de massa dos provetes ao longo do tempo de cura, devido à evaporação da água.

Apenas em [6] se realizou um estudo semelhante ao que se pretende com a secagem no âmbito desta dissertação, mas para o caso da hidratação. Os provetes geopoliméricos, reforçados com fibras de algodão e de dimensões $80 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$, foram imersos em água à temperatura ambiente, sendo pesados regularmente para avaliar o seu ganho de massa devido à absorção de água. O equilíbrio de saturação (quando não há mais ganho de massa) foi obtido entre os 3 e os 30 dias, para provetes com, respetivamente, 0% e 8,3% em massa de fibras de algodão. O coeficiente de difusão (D) variou entre $4,26 \times 10^{-6} \text{ mm}^2 / \text{s}$ e $8,4 \times 10^{-6} \text{ mm}^2 / \text{s}$ para os provetes com o menor e o maior conteúdo de fibras.

O tempo necessário para se atingir o equilíbrio depende das condições de secagem e das dimensões dos provetes. No estudo [20] relativo ao betão, concluiu-se que quanto maior for a dimensão dos provetes, maior será o tempo necessário para se atingir o equilíbrio de humidade na secagem e que serão precisos vários meses de secagem, a uma temperatura de 20°C e uma HR de 50 - 60% para se atingir o equilíbrio de humidade em provetes (de betão) com alguns centímetros de espessura.

Assim, a secagem em forno reduziria este intervalo de tempo. Porém, elevadas temperaturas provocariam uma secagem severa, podendo provocar alterações indesejáveis. Na norma da RILEM TC 116-PCD [21] é mencionado que a secagem é acelerada pela temperatura elevada (aumentando o coeficiente de difusão do vapor de água), assim como pela baixa HR do ar ambiente, originando um gradiente de humidade acentuado, e, desta forma, causando grandes variações do teor de água no provete sujeito à secagem.

Em [22] concluíram que a taxa de secagem (a taxa de perda de humidade) é superior nos estágios iniciais.

- **Metodologia experimental da dissertação**

A cura dos provetes foi apenas realizada às condições (não controláveis) do laboratório (ou condições ambiente). Os moldes foram de madeira e, uma vez vertida a mistura, colocou-se plástico para os cobrir. 40 horas depois da sua produção, os moldes foram removidos e os provetes continuaram às condições do laboratório durante um intervalo de tempo máximo de 54 dias, para cada uma das duas campanhas de ensaios.

Para os 54 dias correspondentes à 1ª campanha de ensaios, foram registadas uma temperatura média de $20,8 \pm 3,5^\circ\text{C}$ e uma *HR* média de $47,3 \pm 16,5\%$. Quanto à 2ª campanha de ensaios, a temperatura e a *HR* estiveram compreendidas entre $22 \pm 3,5^\circ\text{C}$ e $53 \pm 13\%$, respetivamente.

1.5.3. Geometria e dimensão dos provetes

Nas investigações analisadas, as formas geométricas dos provetes variaram entre a prismática, a cúbica e a cilíndrica. Nesta dissertação serão utilizados provetes cuja forma é a prismática, uma vez que é a geometria correspondente ao ensaio de fratura que se pretende realizar - *Single Edge Notched beam loaded in Three-Point-Bending* (SEN-TPB).

Em estudos onde se realizaram ensaios SEN-TPB em geopolímeros, recorreu-se a provetes com as dimensões de $100 \times 100 \times 600 \text{ mm}^3$ [13] e de $100 \times 100 \times 500 \text{ mm}^3$ [10].

Em [23] utilizaram-se provetes de betão de também $100 \times 100 \times 500 \text{ mm}^3$ para a realização de ensaios SEN-TPB. Embora o autor tenha reconhecido que a RILEM sugere um comprimento do provete de 840 mm para estes casos, optou-se por utilizar 500 mm com o conhecimento de que outros estudos não revelaram uma diferença notória na energia de fratura (G_F) medida, devido a uma tal mudança de tamanho.

Contudo, outros estudos realizadas no betão [24], [25] concluíram que a geometria e o tamanho do provete afetam a zona de processo de fratura (*Fracture Process Zone* - FPZ), assim como a energia de fratura (quanto maior for o tamanho, maior é a energia de fratura).

Nas investigações [4], [15] sobre geopolímeros, usaram-se provetes de medidas $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$. Estas dimensões também foram adotadas em estudos referentes ao betão, para ensaios SEN-TPB [26] e de secagem [27], [28]. A finalidade dos estudos relativos à secagem era medir a retração (devido à secagem), a qual é mais notória em provetes pequenos. Isto porque a variação interna da humidade é tanto menor quanto maior o tamanho do provete, e a distribuição espacial da humidade é dependente das dimensões do provete: quanto maior o tamanho do provete, menor é o movimento da humidade.

- **Metodologia experimental da dissertação**

Nesta dissertação, utilizaram-se duas dimensões para os provetes prismáticos: $140 \times 40 \times 560 \text{ mm}^3$ (denominando-se estes provetes por H3) e $210 \times 60 \times 840 \text{ mm}^3$ (denominando-se estes provetes por H2).

1.5.4. Ensaio de fratura

Como já se referiu em 1.4, neste trabalho pretende-se induzir a fratura do geopolímero em modo I. Entre os diversos ensaios de fratura encontrados na literatura que permitem a caracterização à fratura em modo I, seleccionou-se o ensaio de flexão em três pontos, SEN-TPB, de modo a determinar a taxa crítica de libertação de energia G_f e outras propriedades da fratura.

Hilleborg [29] explicou que a energia de fratura deve ser determinada em ensaios nos quais seja atingida a fratura (separação) completa do provete, a qual pode ser conseguida através da flexão. Desta forma, é possível obter a energia de fratura através de ensaios de flexão estáveis, desde que a fratura ocorra ao longo de um plano bem definido, o qual pode ser conseguido através da realização de um entalhe do lado do provete onde se instalam tensões de tração. No entanto, é necessário ter em atenção que os ensaios de fratura englobam vários fatores que causam erro, entre os quais se incluem o atrito entre os apoios e o provete, indentação nos apoios e dissipação de energia na vizinhança da fenda.

Nos artigos [13] e [10], realizaram-se ensaios SEN-TPB em provetes geopoliméricos. Em [13], foi criado no provete de $100 \times 100 \times 500 \text{ mm}^3$ um entalhe inicial correspondente a 40% da altura da viga (ou seja, 40 mm) e a distância entre apoios foi de 80% do comprimento da viga (400 mm). Já no estudo [10] as dimensões da viga foram de $100 \times 100 \times 600 \text{ mm}^3$ e criou-se o entalhe inicial com uma altura de 25% da altura da viga.

Em relação ao betão, Hilleborg aconselha a utilizar-se um entalhe com uma altura que corresponda a pelo menos 30 – 40% da altura da viga, para a determinação da energia de fratura. Relativamente às dimensões, Hilleborg refere-se às recomendações da RILEM TC-50: a RILEM propõe que os provetes contenham uma secção quadrada de $100 \times 100 \text{ mm}^2$, comprimento de 840 mm, distância entre apoios de 800 mm (ou seja, de aproximadamente

95% do comprimento) e um entalhe correspondente a 50% da altura da viga. Nas recomendações refere-se ainda que o entalhe inicial deve ser criado preferencialmente por serragem, ou por moldagem, caso não haja meios adequados para a serragem.

Malvar e Warren [25] seguiram as recomendações da RILEM TC-50, referidas anteriormente. Estes autores utilizaram entalhes iniciais de 30, 50 e 70% da altura do provete. Os ensaios foram realizados com controlo de deslocamento, com uma velocidade de aproximadamente 5×10^{-6} m/s (ou 0,3 mm/min), tal como recomendado pela RILEM. Depreende-se deste estudo, que a energia de fratura G_F depende da razão entre a altura do entalhe e a altura da viga (i.e., que G_F diminui com o aumento desta razão). Esta suspeita parece indicar que G_F não é uma propriedade do material, uma vez que depende da dimensão do provete.

- **Metodologia experimental da dissertação**

Como já se referiu anteriormente, utilizaram-se duas dimensões nos provetes: $140 \times 40 \times 560 \text{ mm}^3$ (provetes H3) e $210 \times 60 \times 840 \text{ mm}^3$ (provetes H2). O entalhe inicial correspondeu a 15% da altura do provete e foi criado através da serragem imediatamente antes do ensaio SEN-TPB. A sua localização não coincidiu com o centro do provete, uma vez que aí tinha sido colocado um termopar para a medição da temperatura. Assim criou-se, sem qualquer inconveniência, o entalhe a uma distância b (mm) do centro dos provetes. A distância entre os apoios correspondeu a 75% do comprimento da viga.

Na Figura 1.3 exhibe-se o esquema do ensaio SEN-TPB, e apresentam-se as respetivas medidas na Tabela 1.1.

Este ensaio envolverá a obtenção da curva força-deslocamento ($P-\delta$) de cada provete.

Foi utilizada uma máquina eletromecânica da marca INSTRON[®], modelo 1125, equipada com uma célula de carga de 100 kN de capacidade. Aplicou-se a carga a uma velocidade de 0,3 mm/min.

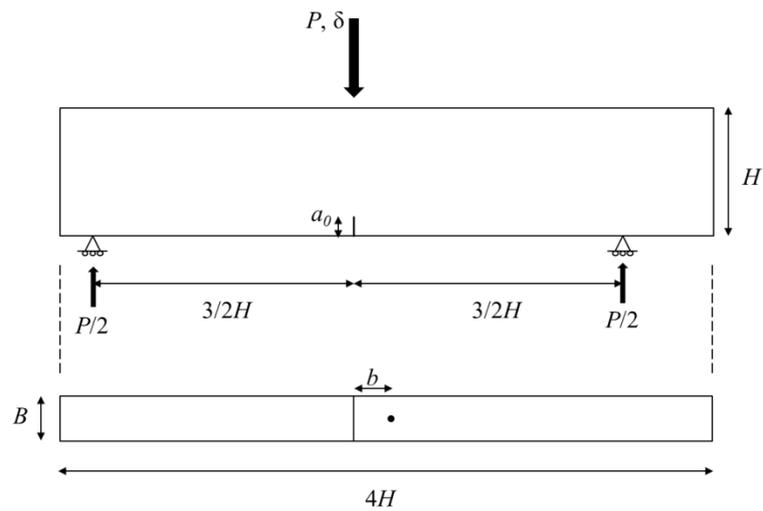


Figura 1.3- Esquema do ensaio SEN-TPB.

Tabela 1.1- Medidas dos provetes, configurados para o ensaio SEN-TPB.

	H3	H2
Altura, H (mm)	140	210
Profundidade, B (mm)	40	60
Comprimento, $4H$ (mm)	560	840
Distância entre apoios, $3H$ (mm)	420	630
Entalhe inicial, a_0 (mm)	21	31,5
Distância entre termopar e entalhe inicial, b (mm)	30	45

CAPÍTULO II

Procedimento experimental

Para a realização da parte experimental desta dissertação, foram executadas uma série de etapas. Grande parte destas etapas foi executada duas vezes, uma vez que se realizaram duas campanhas de ensaios, em tempos distintos. Neste capítulo enumerar-se-ão e descrever-se-ão sucintamente as mesmas, apresentando-se o procedimento experimental realizado para a produção dos provetes geopoliméricos, para o registo da temperatura, para a determinação da perda de massa e para a realização dos ensaios de fratura em modo I.

2.1. Produção dos provetes

Para a produção dos provetes foi preciso preparar os materiais necessários e avaliar os meios e métodos disponíveis para a realização da mistura. Os seguintes tópicos apresentam sequencialmente as tarefas realizadas até à produção dos provetes.

- **Análise e refinamento das cinzas**

Primeiramente, selecionaram-se as cinzas com as características mais adequadas ao estudo em causa. Uma vez que as mesmas continham bastantes torrões, foi necessário desfazê-los para que a mistura de todos os constituintes se efetuasse o mais homogeneamente possível. Esse processo foi feito manualmente, como se pode observar nas Figura 2.1 e Figura 2.2.

Esta etapa foi bastante morosa, devido à grande quantidade de cinzas que foram utilizadas (cerca de 128 kg). Para além dos 78 kg de cinzas utilizadas na produção dos

provetes de ambas as campanhas de ensaios, também se usaram mais cerca de 50 kg para a primeira tentativa de produção de provetes, a qual não teve sucesso.



Figura 2.1- Processo manual de refinamento das cinzas.



Figura 2.2- Etapas elucidativas da sequência de refinamento das cinzas.

- **Separação das fibras**

As fibras estavam inicialmente agrupadas em pequenos conjuntos constituídos por muitas fibras, tendo sido necessário proceder à sua separação. Para tal, colocaram-se as mesmas no interior de um exsiccador, selou-se bem o mesmo e introduziu-se ar comprimido por meio de uma pistola através de um pequeno orifício.

O ar comprimido permitiu que as fibras se movimentassem com elevada velocidade no exsiccador e, conseqüentemente, se separassem (Figura 2.3).



Figura 2.3- Fibras agrupadas (à esquerda) e fibras separadas (à direita).

- **Produção da solução de hidróxido de sódio (NaOH)**

Produziu-se a solução de NaOH, um dos constituintes do ativador, com concentração de 12,5 molal. Para uma certa quantidade da solução de NaOH, misturou-se 2/3 em massa de água e 1/3 de cristais NaOH, mexendo-se durante aproximadamente 5 minutos. Guardou-se a solução num recipiente fechado (para não reagir com o dióxido de carbono, CO₂, do ambiente envolvente) e deixou-se em repouso pelo menos um dia, por forma a arrefecer em condições normais e a tornar-se homogénea.

Esta operação foi feita manualmente e com as devidas precauções, uma vez que a natureza desta solução é altamente reativa e corrosiva para o corpo humano.

- **Realização de diversas misturas**

Foram produzidos pequenos provetes com diferentes misturas, de modo a determinar qual a composição apropriada para a mistura final dos provetes pretendidos. Para se obter as diferentes composições, variaram-se os seguintes parâmetros: o tipo de cinza, a concentração de NaOH, a razão entre a massa de ativador e a massa das cinzas e a quantidade de fibras.

De seguida são apresentados os estados físicos de alguns desses provetes preliminares (Figura 2.4).



Figura 2.4- Provetes preliminares.

- **Construção dos moldes**

Os moldes foram constituídos em tábuas de madeira, às quais se adicionou papel autocolante de modo a facilitar, posteriormente, o processo de desmoldagem dos provetes. As tábuas continham furos para que fossem unidas entre si através de parafusos (Figura 2.5).



Figura 2.5- Processo de construção dos moldes.

Nos espaçamentos entre as tábuas, colocou-se espuma de poliuretano de modo a evitar qualquer vazamento da mistura, pois, quando vertida no molde, a mistura encontrar-se-ia no estado líquido.

Para cada campanha de ensaios, foram construídos 4 moldes: 2 para os provetes H3 e 2 para os provetes H2 (Figura 2.6).



Figura 2.6- Moldes devidamente instrumentados antes da colocação da mistura.

Cada molde permitiu a moldação de 2 provetes geometricamente semelhantes, perfazendo um total de 8 provetes para cada campanha de ensaios. Para tal, colocou-se uma pedra adequada e devidamente estabilizada no centro do molde (Figura 2.7), usando um serra-juntas.

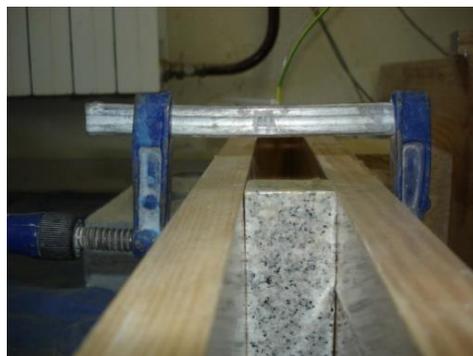


Figura 2.7- Posição da pedra ao centro do molde.

- **Construção dos termopares**

O termopar é um dispositivo eletrónico de baixo custo e larga aplicação, cuja função é a medição da temperatura. Este dispositivo é constituído por dois fios metálicos diferentes e ligados nas suas extremidades: uma extremidade é denominada junção quente ou de medição (que será exposta à temperatura a medir) e a outra é denominada por junção fria ou de referência (é caracterizada por manter uma certa temperatura conhecida).

Quando essas extremidades se encontram a temperaturas diferentes, é gerada uma força eletromotriz que pode ser medida com um voltímetro. O valor da força eletromotriz depende da diferença de temperaturas.

Os termopares podem ser de vários tipos, de acordo com os metais constituintes (tipo B, E, J, K, R, S, T, etc.). Neste trabalho experimental foram usados termopares do tipo K, ou seja, constituídos por um fio de cromel (Ni+Cr) e outro de alumel (Ni+Al), tendo sido necessário proceder-se à sua construção.

Estabeleceu-se a correta correspondência dos terminais dos fios metálicos no conector, identificando-se previamente o terminal positivo e não magnético (cromel) e o terminal negativo e magnético (alumel), através de um íman (Figura 2.8).

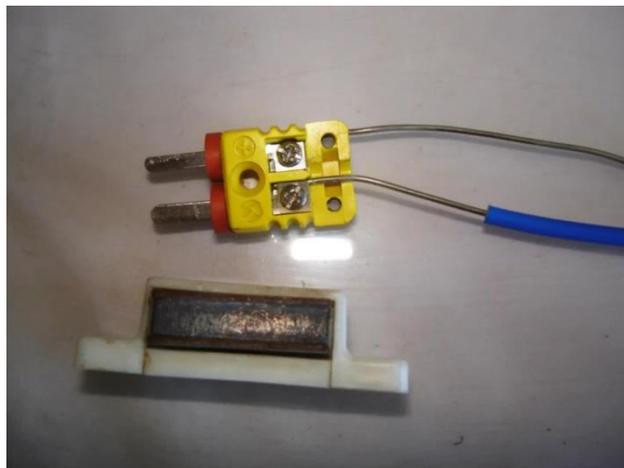


Figura 2.8- Construção do termopar: ligação dos fios metálicos ao conector, com o auxílio do íman.

No entanto, inseriu-se antecipadamente um tubo isolante num dos fios metálicos para se evitar qualquer interferência nos resultados em caso de contacto entre os mesmos.

- **Posicionamento e fixação dos termopares nos moldes**

Para o posicionamento dos termopares no local pretendido do provete - no centro do provete, com uma altura igual a 15% da altura do provete - optou-se por produzir peças em madeira com um furo central para a fixação do termopar, tal como se mostra na Figura 2.9.



Figura 2.9- Peça de auxílio no posicionamento e fixação dos termopares.

Cada peça de madeira é constituída pela união de duas partes iguais por meio de parafusos. O objetivo é, no processo de desmoldagem dos provetes, ser possível retirar essa peça de madeira sem interferir com o posicionamento do termopar (Figura 2.10).



Figura 2.10- Peça de auxílio no posicionamento do termopar, a ser retirada.

A peça de madeira foi colada no molde com fita-cola. Criou-se também um pequeno desnível entre a peça madeira e o molde, de modo a evitar falta de mistura na zona precisamente por baixo da peça (Figura 2.11). Colocou-se um pequeno tubo de plástico na vizinhança dos terminais do termopar, para reduzir possíveis danos resultantes do contacto do termopar com o material do provete (a pasta geopolimérica) e para facilitar a sua extração no momento imediatamente anterior ao ensaio de fratura.

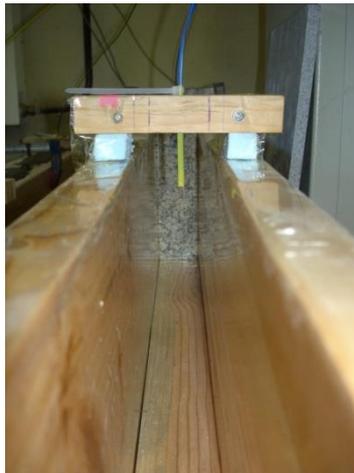


Figura 2.11- Posicionamento do termopar, com o referido desnível.

De seguida, efetuou-se a ligação dos termopares às extensões, e destas ao registador de dados Pico TC 08. O registador de dados foi conectado ao computador, no qual foi previamente instalado o *software* de registo de dados adequado.

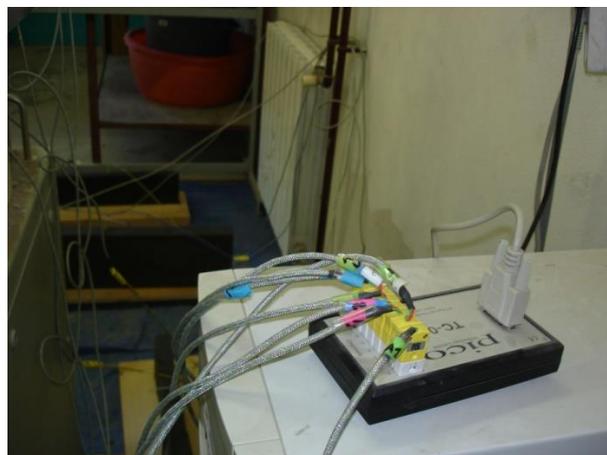


Figura 2.12- Ligações ao *data logger*.

- **Produção do ativador**

Na produção do ativador, adicionou-se 2/3 em massa da solução de hidróxido de sódio (NaOH) e 1/3 de silicato de sódio (Na₂SiO₃), misturando-se bem esses dois reagentes durante 5 a 10 minutos, antes do início da produção dos provetes (Figura 2.13).

Nesta fase, a temperatura atingida pelo ativador foi de aproximadamente 37 - 40°C.



Figura 2.13- Produção do ativador.

- **Realização da Mistura**

Uma vez que o ativador estava preparado, adicionou-se o mesmo às cinzas e foi-se misturando com uma misturadora de tintas (Figura 2.14). Aos poucos, foram-se introduzindo as fibras, sem interromper o processo de mistura. Quando obtida uma mistura com consistência e homogeneidade adequada, verteu-se a mesma para o interior do molde.



Figura 2.14- Adição do ativador (à esquerda) e das fibras (à direita).

Foi preparada uma mistura individualmente para cada molde, por uma questão de conveniência e facilidade em se obter melhores resultados da mistura com menores quantidades de material, tendo em conta os meios disponíveis para a efetuar.

Na Tabela 2.1 são apresentadas as quantidades de cada componente requeridas para a produção da mistura, em função do tamanho do molde. Adicionou-se um total de 7% de material, para colmatar possíveis perdas.

Tabela 2.1- Quantidades da mistura contabilizando 7% de perdas.

Constituintes (g) /Molde		2 provetes H3	2 provetes H2	
Cinzas classe F (g)		3556,6	12037,4	
Cinzas classe C (g)		891,7	3009,3	
Total cinzas (g)		4458,3	15046,7	
Fibras (g)		4,5	15	
Activador (g)	Silicato de Sódio	2123	7165,1	
	Hidróxido de sódio	Cristais	1415,3	4776,7
		Água	2830,7	9553,5
		Total NaOH	4246	14330,2
Total activador (g)		6369	21495,3	

Pode-se verificar a partir da Tabela 2.1, que a razão fibras/cinzas foi de 0,1% e a razão ativador/cinzas foi de 1,43.

Uma vez inserida a totalidade da mistura no interior dos moldes, retirou-se uma parte do seu excedentário (Figura 2.15) e colocou-se plástico por cima do molde (Figura 2.16), para evitar que uma parte da água se evaporasse.

Como já anteriormente mencionado, esta etapa não foi concluída com êxito na primeira tentativa, devido à grande quantidade de material que era necessário inserir em cada mistura, à sua fluidez e ao próprio meio de mistura, tendo sido necessário repensar o método a utilizar.

Esta tentativa fracassada causou uma perda significativa de material, nomeadamente cerca de 50 kg de cinzas.



Figura 2.15- Colocação da mistura no interior dos moldes; remoção do seu excedentário.



Figura 2.16- Moldes cobertos com plástico, para a água não evaporar.

- **Desmoldagem**

A desmoldagem dos provetes foi realizada cerca de 40 horas depois da sua produção.

Imediatamente antes desse processo, alisou-se a superfície dos provetes, retirando-se o excesso de material (Figura 2.17). Observou-se que a mistura, durante a sua solidificação, expandiu um pouco.



Figura 2.17- Alisamento da superfície dos provetes.

De seguida, desapertaram-se os parafusos tanto dos moldes como das peças de madeira, e retiraram-se as tábuas, completando-se o desmolde dos provetes (Figura 2.18).

Uma vez que se pretendia fazer muitas pesagens aos provetes, de modo a não danificar os mesmos por manuseamento direto, optou-se por colocar uma tábua por debaixo de cada provete (Figura 2.18), e assim facilitar o seu transporte para a balança.



Figura 2.18- Provetes desmoldados.

2.2. Registo da temperatura, pesagens e ensaios de fratura

Neste subcapítulo aborda-se o processo efetuado para o registo da temperatura e da perda de massa dos provetes e para a realização dos ensaios de fratura.

2.2.1. Registo da temperatura

A partir do momento em que a mistura foi vertida para o interior dos moldes, iniciou-se o registo da temperatura no computador. O termopar foi colocado na parte inferior do provete (i.e., na parte onde se irá criar o entalhe inicial), a uma profundidade de 15% da sua altura.

Optou-se por terminar o registo da temperatura após 200 horas, uma vez que nessa altura o provete já se encontrava aproximadamente à temperatura ambiente.

2.2.2. Pesagens

Pretendia-se realizar pesagens aos provetes em vários tempos de secagem, de modo a obter-se a curva característica da secagem (Figura 2.19):

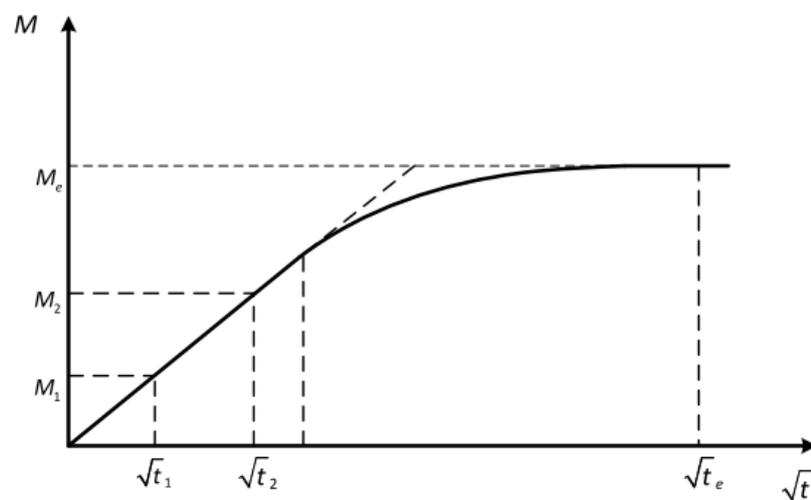


Figura 2.19- Curva característica da secagem.

Na Figura 2.19, \sqrt{t} representa a raiz quadrada do tempo acumulado de secagem e $M(t)$ a percentagem de perda de massa do provete, que pode ser calculada por:

$$M(\%) = \frac{m_t - m_i}{m_i} \times 100 \quad (2.1)$$

,em que m_i é a massa inicial e m_t a massa do provete no instante t .

Esperava-se, então, que nos tempos iniciais da secagem os provetes apresentassem uma perda de massa relativamente elevada (que é representada na Figura 2.19 pela linha reta), convergindo para uma certa percentagem de perda de massa M_e ao final de um determinado tempo t_e (patamar de equilíbrio, representado pela assíntota horizontal). A partir desse instante, os provetes encontrar-se-iam em equilíbrio com o ar ambiente e não ocorreria mais perda de massa. Assim t_e e M_e são propriedades do equilíbrio, e a sua obtenção experimental é importante para a determinação das propriedades da difusão deste material, como se verá mais à frente.

Primeiramente efetuou-se a pesagem dos provetes no momento imediatamente a seguir à sua desmoldagem completa, de modo a registar a sua massa inicial m_i .

Nos estágios iniciais da secagem, realizaram-se pesagens com uma maior frequência (4 ou 5 pesagens por dia), pois como já foi referido, é nestas alturas que se registam maiores perdas de humidade devido à evaporação da água não ligada. À medida que o tempo foi avançando reduziu-se essa frequência de pesagens.

Para pesar os provetes, desconectaram-se momentaneamente os termopares das extensões (enquanto se estava a registar a temperatura), para ser possível transportar o provete (numa tábua de madeira) até à balança (Figura 2.20).

Cada pesagem obtida tinha em conta o peso do conjunto provete-tábua-termopar. No entanto, foram retirados os pesos da tábua e do termopar (previamente pesados) em cada pesagem do conjunto, resultando apenas no verdadeiro peso do provete.

As pesagens de cada provete foram realizadas até ao momento do seu ensaio de fratura, ou seja, até aos 5, 8, 14 ou 54 dias. Pretendia-se que no tempo máximo de secagem já se tivesse atingido o equilíbrio de humidade (M_e).

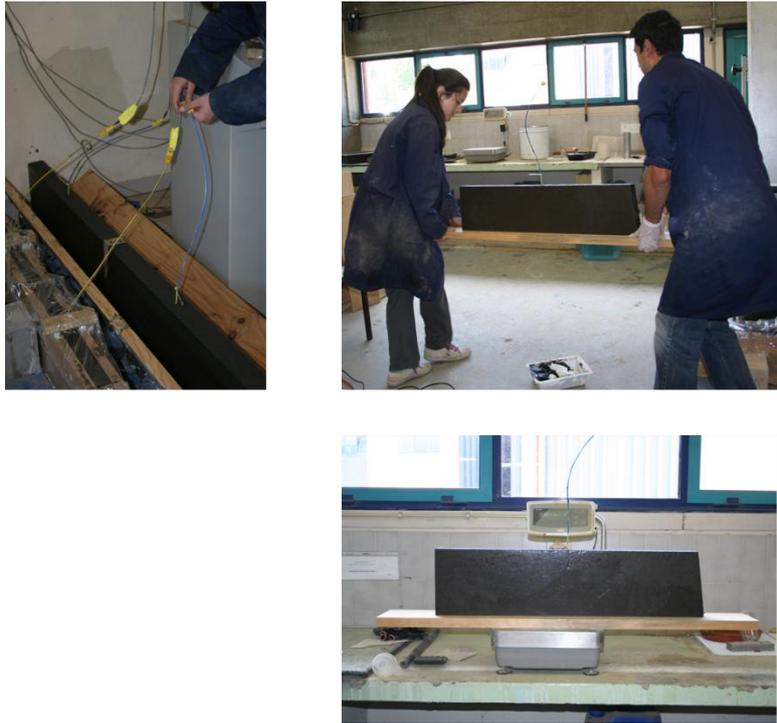


Figura 2.20- Procedimento na pesagem.

Em cada pesagem também se registaram a data e hora à qual a mesma foi realizada, para o cálculo do tempo de secagem acumulado, assim como os valores da temperatura e da humidade relativa (*HR*) do laboratório, uma vez que esses parâmetros variaram em função das condições atmosféricas.

As balanças utilizadas nas duas campanhas de ensaios foram diferentes. A balança da 1^a campanha de ensaios registava valores até 35 kg e tinha uma sensibilidade de ± 1 g (Balança 1); a balança da 2^a campanha de ensaios registava valores até 21 kg e tinha uma sensibilidade de $\pm 0,1$ g (Balança 2).

Na 1^a campanha, a razão que determinou a escolha da balança foi o peso máximo que a mesma admitia. Como se desconhecia qual seria o peso total do conjunto provete-tábua-termopar, optou-se pela balança com a maior capacidade de peso máximo (Balança 1).

No entanto, observou-se que a sensibilidade de ± 1 g da Balança 1 introduzia erros nas pesagens, como se vai observar mais adiante. Como a Balança 2 tinha uma melhor sensibilidade e, mesmo com maior limitação ao nível do peso máximo admitido, era capaz de facultar o valor das pesagens de um conjunto “proвете H2-tábua-termopar” se se utilizassem tábuas um pouco mais leves, optou-se por utilizar esta balança na 2^a campanha de ensaios.

2.2.3. Preparação dos ensaios SEN-TPB

Como procedimento inicial para a realização dos ensaios de fratura, efetuaram-se marcações nos provetes, referentes ao posicionamento destes em cima dos apoios e ao entalhe inicial. De seguida, criou-se o entalhe inicial por serragem. Como já se referiu anteriormente, o entalhe inicial não foi criado no centro do provete (Figura 2.21), uma vez que aí foram colocados os termopares, apesar de se ter assegurado que o entalhe ficou localizado a meio vão (Figura 2.22).

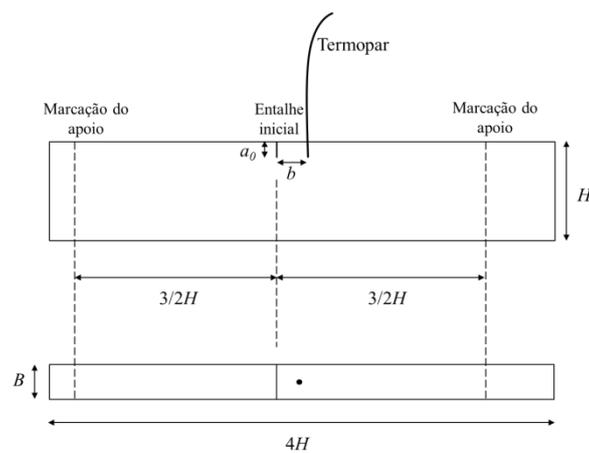


Figura 2.21- Marcações dos apoios e do entalhe inicial.



(a)



(b)

Figura 2.22- (a) Marcações nos provetes; (b) Criação do entalhe por serragem.

Depois foi necessário proceder-se à rotação de 180° do provete, de modo a que o mesmo ficasse na posição adequada ao ensaio (i.e., o entalhe inicial na parte inferior). Para tal, procedeu-se da forma que se ilustra na Figura 2.23. A parte do provete a cinzento corresponde ao entalhe inicial. Executou-se este passo com o máximo cuidado possível, para evitar quaisquer danos nos provetes.

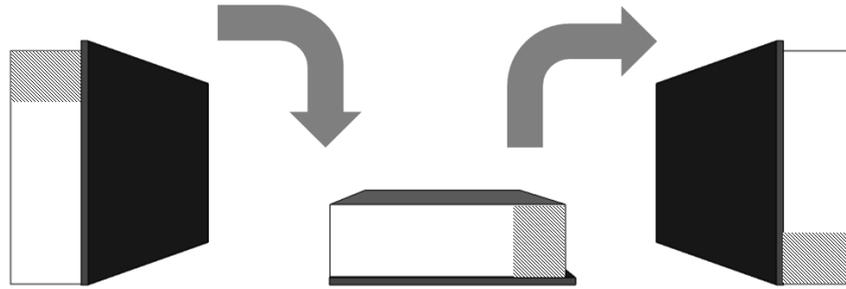


Figura 2.23- Esquema ilustrativo da rotação do provete.

Posteriormente, transportou-se o provete para a máquina de ensaios INSTRON[®] 1125, onde se colocou o mesmo sobre os apoios simples (Figura 2.24-(a)), cuja parte fixa estava previamente ajustada e firmemente apertada à base da máquina. Este processo foi realizado por uma equipa de quatro pessoas: duas pessoas para transportar e colocar o provete sobre os apoios e outras duas para segurar e ajustar as partes móveis dos apoios (Figura 2.25). Como se apresenta na Figura 2.24-(a), os apoios possuíam três partes móveis que foi preciso regular, de modo a obter o correto posicionamento do provete. A parte móvel assinalada por (1) na Figura 2.24-(a) possibilitou a rotação em torno do eixo x , a parte móvel (2) permitiu a rotação em torno do eixo z e deslocamento segundo z e a parte móvel (3) assegurou o deslocamento segundo a direção x . Para evitar a indentação do provete junto do ponto de aplicação da carga e dos apoios, utilizaram-se barras de dimensão adequada (Figura 2.24-(b) e Figura 2.25).

Uma vez obtida a correta posição do provete conforme o esquema do ensaio (Figura 1.3), instalou-se uma pré-carga inicial no mesmo, por meio do atuador cilíndrico (Figura 2.24-(b)), estabilizando-se o provete antes do início do ensaio (Figura 2.25).

Posteriormente, ajustaram-se os limites da carga, do deslocamento, bem como a velocidade de aplicação da carga (i.e., 0,3 mm/min).

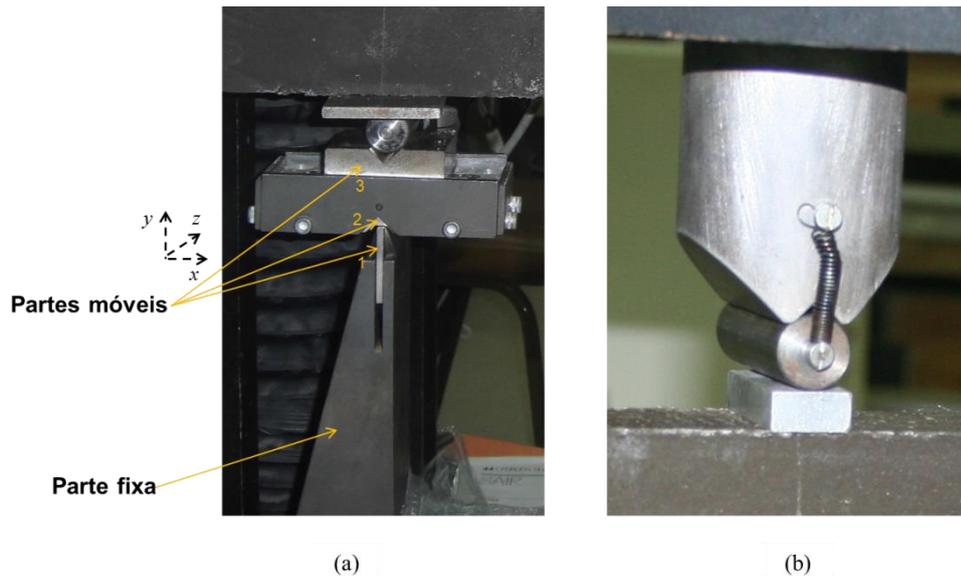


Figura 2.24- (a) Apoio simples e respetivas partes constituintes; (b) Atuador.

De seguida, deu-se início ao ensaio de flexão (Figura 2.26), registando-se os dados relativos ao deslocamento (δ) e à força de carregamento (P), usando um *software* de aquisição de dados e uma unidade da marca Spider. Este registo foi feito até ao momento em que se obtém a fratura completa do provete.



Figura 2.25- Processo de colocação do provete e ajustamento dos apoios.



Figura 2.26- Configuração do ensaio SEN-TPB; início do ensaio.

CAPÍTULO III

Resultados experimentais

No presente capítulo, efetua-se a análise dos resultados obtidos experimentalmente, referentes à evolução da temperatura com o tempo, à perda de massa e às curvas $P-\delta$.

3.1. Temperatura registada

Registou-se a temperatura com o intuito de avaliar a sua evolução e determinar a geração de calor decorrente das reações exotérmicas, relativas ao processo de produção da pasta geopolimérica. No entanto, tal análise térmica não será realizada na presente dissertação, propondo-se a mesma para um futuro trabalho.

Apesar disso, realiza-se de seguida uma breve análise aos resultados obtidos experimentalmente.

Verificou-se que a evolução da temperatura nos diferentes provetes, conforme a dimensão, foi bastante similar ao longo do tempo, pelo que se selecionou os dados referentes aos provetes H3-A e H2-A como forma de exemplo (Figura 3.1). Apresenta-se também a variação da temperatura ambiente, a qual foi registada apenas a partir do desmolde dos provetes.

Pelo seguinte gráfico observa-se que, para ambos os provetes, a pasta geopolimérica atingiu temperaturas máximas compreendidas entre os 35°C e os 40°C nos momentos imediatamente após a sua conceção. Devido à libertação do calor gerado, verificou-se a redução da temperatura dos provetes até valores próximos da temperatura ambiente, num intervalo de tempo de 175 horas. No entanto, recorde-se que a posição do termopar não coincidia com o centro geométrico do provete, que é o ponto mais afastado do ambiente

envolvente (o termopar encontrava-se a uma profundidade de 15% da altura do provete - Figura 2.21), pelo que a diminuição da temperatura nesse ponto (no centro) seria mais lenta.

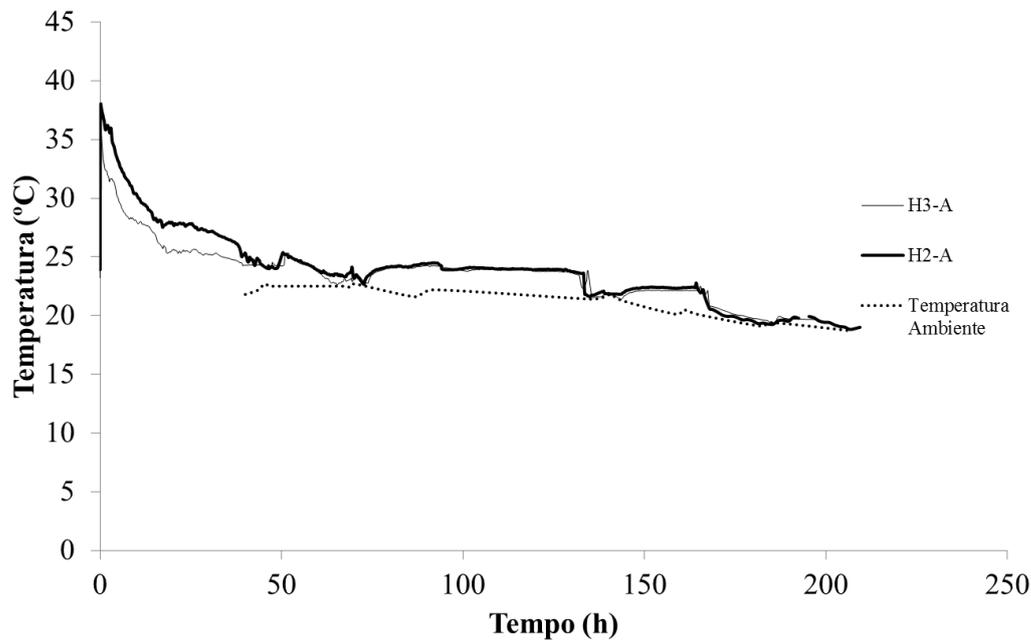


Figura 3.1- Evolução da temperatura com o tempo, para os provetes H3-A e H2-A.

Constata-se igualmente que a redução da temperatura foi mais acentuada nas 50 horas iniciais. Porém, é de notar que nas 40 horas iniciais, os provetes encontravam-se no interior dos moldes e cobertos por plástico, o que também influenciou (retardou) a diminuição da temperatura.

Por fim, verifica-se que até 40 horas após a produção dos provetes (ou seja, até ao desmolde), a temperatura do provete H2 admitiu valores superiores em relação à temperatura do provete H3. Tal deve-se ao facto dos provetes H2 possuírem maiores dimensões, logo maiores quantidades de material e, consequentemente, maior energia. Todavia, a partir desse instante, ambos os provetes começaram a admitir praticamente a mesma temperatura.

3.2. Perda de massa durante a cura

Nos gráficos da Figura 3.2 e da Figura 3.3, pode observar-se o comportamento das curvas de secagem obtidas experimentalmente para os provetes preparados.

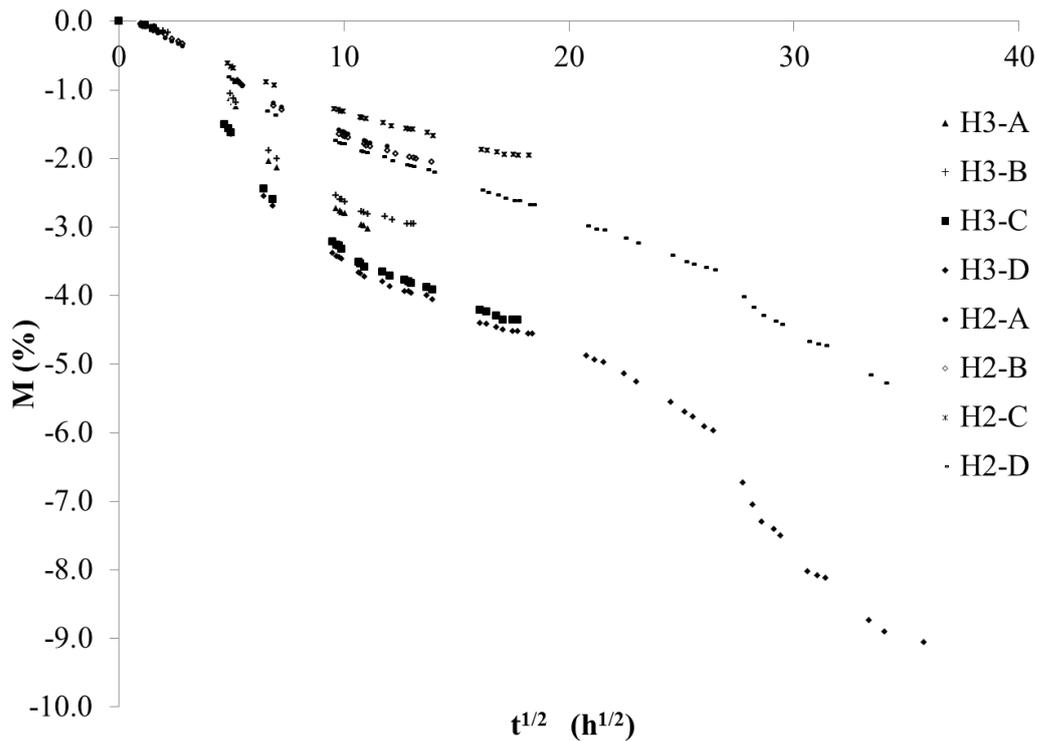


Figura 3.2- Resultados experimentais da perda de massa dos provetes da 1ª campanha de ensaios.

De seguida, vão analisar-se os resultados experimentais tendo em conta alguns parâmetros como, as condições ambiente do laboratório, as dimensões dos provetes e a posição de secagem de cada provete.

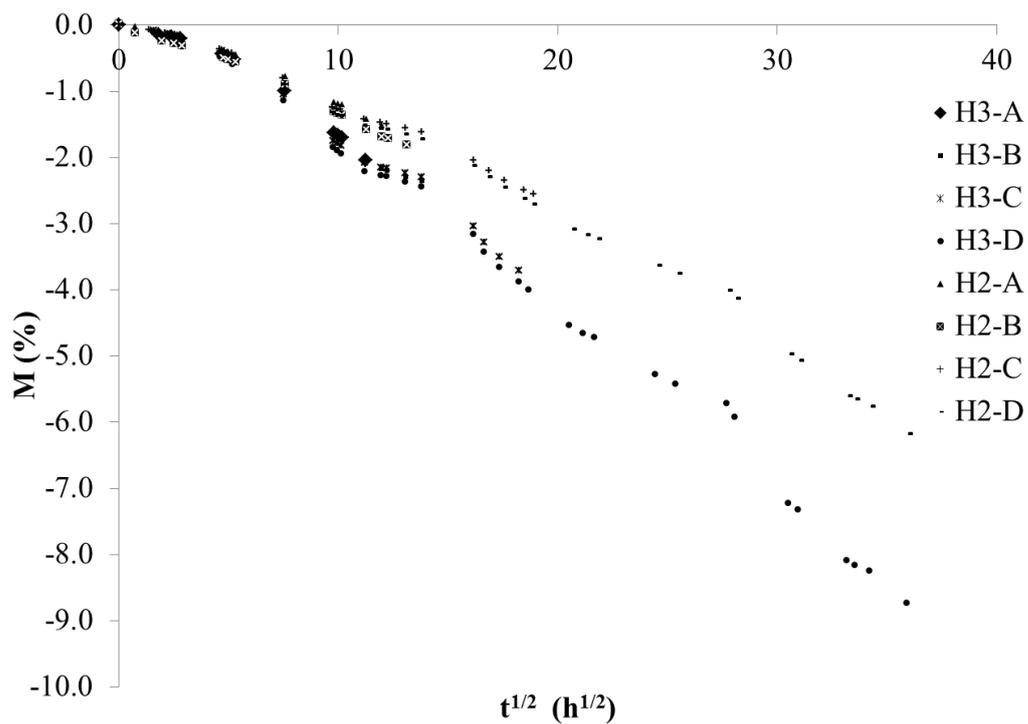


Figura 3.3- Resultados experimentais da perda de massa dos provetes da 2ª campanha de ensaios.

3.2.1. Tendo em conta as condições ambiente do laboratório

Por comparação com a curva de secagem padrão (Figura 2.19), as curvas experimentais apresentam um comportamento semelhante entre si e instável. No entanto, tal era expectável uma vez que as condições de secagem não eram controláveis: a temperatura e a humidade relativa (HR) não foram constantes ao longo do tempo. Como consequência disso, conforme foi referido anteriormente, a capacidade do ar em absorver humidade estava em constante mudança, e desta forma, o gradiente que induzia a difusão da humidade também variava.

Pode-se observar pelas curvas experimentais que, em alguns momentos, a curva de secagem começou a admitir a curvatura típica precedente ao patamar de equilíbrio, antevendo-se então que o equilíbrio estivesse próximo. No entanto, uma mudança nas condições do laboratório fez com que esse equilíbrio não fosse atingido e o provete continuasse a perder humidade a taxas diferentes, devido aos diferentes gradientes provocados por essas alterações climáticas.

Como se pode observar pela Tabela 3.1, o intervalo de valores entre os quais a temperatura e a *HR* variaram é relativamente elevado, sendo esse, igualmente, um indicador que aponta para instabilidade da curva de secagem.

Tabela 3.1- Temperaturas e humidades relativas médias durante a secagem.

	Período de tempo	Temperatura (°C)	Humidade relativa média (%)
1ª Campanha de ensaios	15 - 05 a 08 - 07	20,8 ± 3,5	47,3 ± 16,5
2ª Campanha de ensaios	05 - 06 a 29 - 07	22 ± 3,5	53 ± 13

A título de exemplo, no gráfico seguinte (Figura 3.4) referente à 1ª campanha de ensaios, representam-se as curvas de secagem juntamente com os valores das temperaturas e *HR* registados no momento das pesagens. Pretende-se estabelecer uma relação entre o comportamento de uma das curvas de secagem e o comportamento das condições no laboratório.

Pode-se observar, na representação (1), que a curva de secagem do provete já estava a apresentar a curvatura pré-equilíbrio. Também na referida faixa, a temperatura atingiu os valores mais baixos e a *HR* foi aumentando até os valores mais altos registados, o que, deduzindo da psicrometria, reduzia a capacidade do ar em absorver humidade e logo, apontava para o equilíbrio breve do sistema. Como se pode notar, o intervalo de tempo correspondente ao mínimo da temperatura e máximo de *HR* corresponde ao tempo em que as curvas pareciam estar prestes a atingir o equilíbrio.

No entanto, a temperatura foi aumentando e a curva de secagem deixou de representar a curvatura pré-equilíbrio, continuando a exibir um comportamento retilíneo de perda de massa. Os declives das retas designadas como (2) e (3) representam a taxa de perda de massa ou taxa de secagem. O declive da reta (2) é menor que o da reta (3), indicando que nesses instantes a perda de humidade é menor, isto porque associadas à reta (2) estão menores temperaturas e maiores *HR*.

Na representação (4) volta-se a obter uma tendência de curvatura pré-equilíbrio. Tal deve-se à temperatura constante e às altas *HR* associadas ao intervalo de tempo de (4).

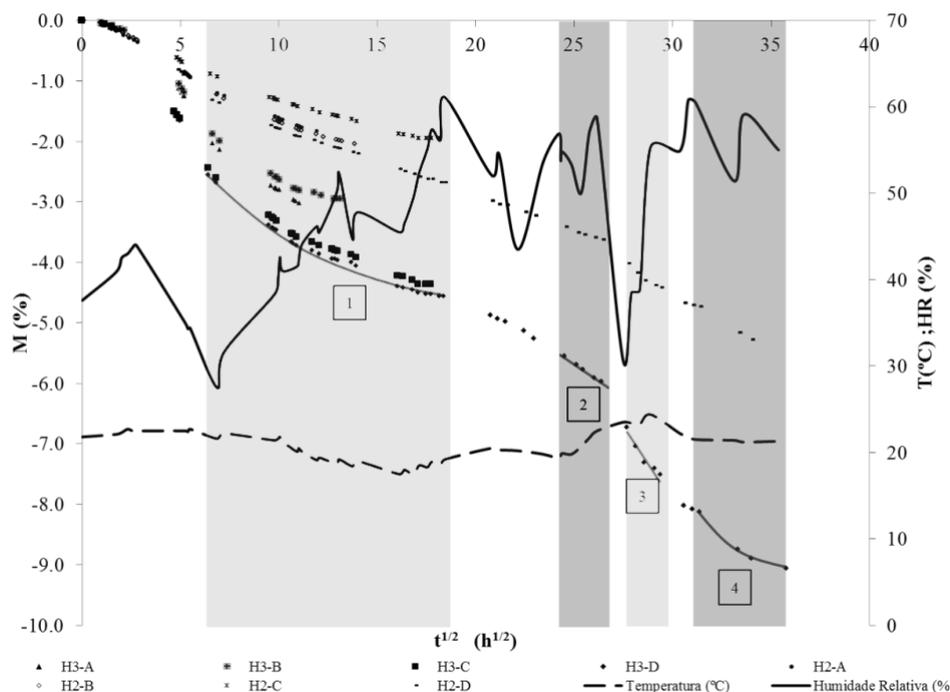


Figura 3.4- Perda de humidade em função das condições de secagem.

Daqui, fica claro que o comportamento da curva de secagem foi fortemente influenciado pelas condições climáticas inconstantes do laboratório.

3.2.2. Tendo em conta a dimensão dos provetes

Solicitando novamente a Figura 3.2 e a Figura 3.3, podem-se retirar outras conclusões, que vêm de encontro ao que já foi referido em 1.5.2:

- É preciso um tempo longo de secagem às condições ambiente para que provetes com as referidas dimensões atinjam o equilíbrio. Observa-se que, neste caso, 54 dias de secagem às condições ambiente não foram suficientes para se atingir o patamar de equilíbrio;
- Quanto maior o tamanho do provete, menor o movimento da humidade e, conseqüentemente, menor a percentagem de água evaporada.

Na Tabela 3.2 apresentam-se, para todos os provetes produzidos, a percentagem de perda de massa do provete em relação à sua massa inicial $M(t)$ (equação (2.1)), a quantidade

de água evaporada (isto é, a quantidade de massa que cada provete perdeu no processo de secagem) e a percentagem de redução do conteúdo de água.

Tabela 3.2- Valores de perda de massa e redução do conteúdo inicial de água, para os diferentes tempos de secagem.

		H3				H2			
		A	B	C	D	A	B	C	D
Tempo de secagem (dias)		5	8	14	54	5	8	14	54
1^a	<i>M</i> (%)	3,02	2,95	4,36	9,22	1,83	2,05	1,95	5,54
Campanha de ensaios	Água evaporada (kg)	0,153	0,149	0,218	0,463	0,310	0,346	0,331	0,948
	%de redução de água	10,81	10,53	15,40	32,71	6,49	7,24	6,93	19,85
2^a	<i>M</i> (%)	2,04	2,36	3,72	8,73	1,53	1,82	2,57	6,18
Campanha de ensaios	Água evaporada (kg)	0,100	0,119	0,192	0,443	0,253	0,314	0,436	1,044
	%de redução de água	7,07	8,39	13,54	31,26	5,29	6,58	9,13	21,86

A percentagem da redução de água corresponde à razão entre a quantidade de água evaporada e a quantidade de água (inicial) utilizada na produção dos provetes (Tabela 2.1).

Pela tabela anterior pode observar-se que, para todos os tempos de secagem, os provetes H3 apresentaram maior perda de massa. A redução do conteúdo de água aos 54 dias, para estes provetes, foi de aproximadamente 32% (que corresponde a 9% da massa total do provete), enquanto para os provetes H2 foi cerca de 21% (5,85% da massa total), evidenciando-se assim o menor movimento da humidade para os provetes de maiores dimensões. Resta saber se existe alguma relação entre estas percentagens de perda de massa de água e a área exposta à secagem e o volume de cada provete.

Tabela 3.3- Relação entre as características dimensionais dos provetes.

	H3	H2	Razão H2/H3
Volume (cm³)	3136	10584	3,375
Água utilizada (kg)	1,415	4,777	3,375
Área exposta (cm²)	1904	4284	2,25

Para isso, criou-se na Tabela 3.3 uma coluna que calcula a razão H2/H3 referente aos seus volumes, quantidades de água utilizada e áreas expostas às condições de secagem. Observa-se que a razão H2/H3 obtida para o volume e água utilizada é a mesma, uma vez que, na composição da mistura dos provetes, estabeleceu-se uma relação de proporcionalidade volúmica entre os seus constituintes.

Considerando os valores apresentados na Tabela 3.2, calculou-se também a razão H2/H3 referente à percentagem de redução de água em cada par de provetes (o mesmo seria calcular a razão referente a $M(\%)$), ou seja, para cada tempo de secagem, calculou-se a percentagem de massa de água que um provete H2 perdeu em relação a um provete H3.

Tabela 3.4- Razão H2/H3 da % de redução de água.

		Razão H2/H3				Média
		A	B	C	D	
1ª Campanha de ensaios	%de redução de água	0,600	0,688	0,450	0,607	0,586
2ª Campanha de ensaios		0,748	0,783	0,674	0,699	0,726
						0,656

A média dessa razão H2/H3 aponta para os 0,656, valor esse curiosamente próximo do valor obtido na divisão da razão H2/H3 da área exposta pela razão H2/H3 da água utilizada (Tabela 3.3):

$$\frac{\frac{H2}{H3} \Big|_{\text{área exposta}}}{\frac{H2}{H3} \Big|_{\text{água utilizada}}} = \frac{2.25}{3.375} = 0,667 = \frac{\frac{\text{água utilizada}}{\text{área exposta}} \Big|_{H3}}{\frac{\text{água utilizada}}{\text{área exposta}} \Big|_{H2}}$$

, o que equivale à divisão da razão água utilizada/área exposta de H3 por H2. Quer isto dizer que o conteúdo de água utilizada por área exposta nos provetes H3 corresponde a 0,667 da referida razão nos provetes H2. Ou seja, os provetes H3 possuem menor kg de água por cm^2 de área em contacto direto com as condições de secagem, logo, nestes provetes, a água possui uma maior possibilidade de contacto com as condições de secagem, fomentando o seu processo de evaporação.

Seria necessário mais investigação para verificar se existe efetivamente uma relação entre estas variáveis, como a especulada.

3.2.3. Tendo em conta a localização dos provetes na cura

Recorrendo novamente aos gráficos apresentados inicialmente, pode observar-se que, embora todos os provetes apresentem o mesmo comportamento de perda de massa, há discrepâncias entre os valores de $M(\%)$ para provetes com a mesma dimensão, ao longo do tempo de secagem.

Essa discrepância é mais notória na 1ª campanha de ensaios (Figura 3.2), na qual se constatou que a principal razão para tal diferença foi a sensibilidade de ± 1 g da balança utilizada. É muito provável que esta sensibilidade da balança tenha introduzido erros pois, de umas pesagens para as outras, as perdas de massa registadas eram na ordem das gramas (tal como é a sensibilidade da balança).

Desta forma, na 2ª campanha de ensaios utilizou-se uma balança com sensibilidade de $\pm 0,1$ g, obtendo-se valores mais precisos e, assim, corrigindo-se a maior parte da discrepância de valores.

No entanto, mesmo na 2ª campanha de ensaios, embora mais próximos entre si, os valores admitem uma pequena diferença. Apesar de a sensibilidade desta balança também ter contribuído, essa pequena diferença deve-se também à posição dos provetes durante a secagem, a qual poderia ser mais ou menos influenciada por correntes de convecção provocadas pela circulação de pessoas ou pelo ar exterior (através da porta).

A posição de cada provete foi a mesma em ambas as campanhas de ensaios. De seguida apresenta-se o esquema (sem escala) da posição dos provetes durante a secagem (Figura 3.5).

A porta, embora propositadamente fechada durante a secagem dos provetes - para não interferir com as correntes de ar do exterior -, não era estanque e pode ter permitido a entrada de correntes de ar pelas frinchas. A denominada “zona de circulação” foi muito movimentada diariamente, pois corresponde ao caminho que faz ligação à “bancada de trabalho”, criando-se também correntes de convecção.

Em relação à zona composta pelo computador e máquina, foi vagamente movimentada. Apenas se dirigiu ao computador nos estágios iniciais dos provetes, para observar a evolução da temperatura registada pelos termopares; a máquina não foi alvo de utilização durante o decorrer da secagem.

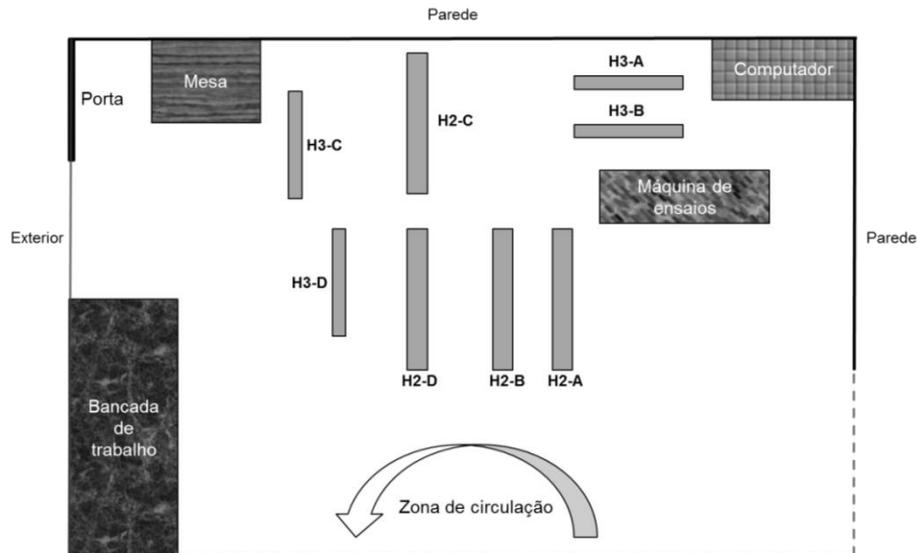


Figura 3.5- Enquadramento espacial dos provetes no laboratório.



Figura 3.6- Posicionamento dos provetes, durante a secagem.

Assim, para os intervalos de tempo comuns a todos os provetes, espera-se que os provetes em posições mais próximas dessas correntes de convecção - H3-D, H3-C, H2-D e H2-B - admitam uma perda de humidade ligeiramente superior aos provetes mais afastados das correntes de convecção - H3-A, H3-B, H2-C, H2-A.

Tendo em conta os gráficos da Figura 3.2 e da Figura 3.3, apresentam-se na seguinte tabela os provetes por ordem decrescente de perda de massa, verificando-se o que era expectável.

Tabela 3.5- Provetes ordenados da maior para a menor perda de massa.

	H3	H2
1ª Campanha de ensaios	$D > C > A > B$	$D > B > A > C$
2ª Campanha de ensaios	$D > C > A$ e B	$B > D > C > A$

Desta forma conclui-se que as correntes de convecção originárias do normal funcionamento do laboratório também influenciaram a perda de humidade, embora que muito fracamente.

3.3. Curvas $P-\delta$

Da Figura 3.7 à Figura 3.10 exibem-se as curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente, de acordo com as condições descritas no subcapítulo 1.5.4, e agrupadas segundo a dimensão dos provetes e a campanha de ensaio.

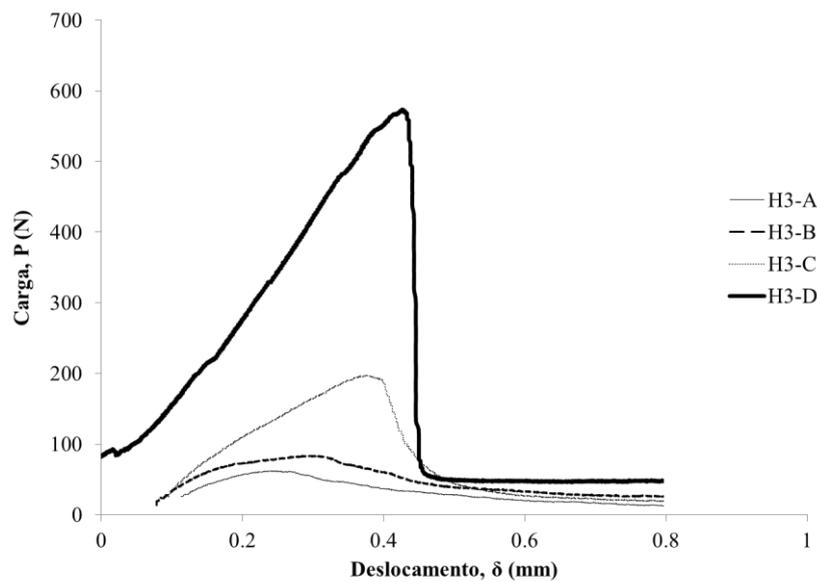


Figura 3.7- Curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente para os provetes H3 da 1ª campanha de ensaios.

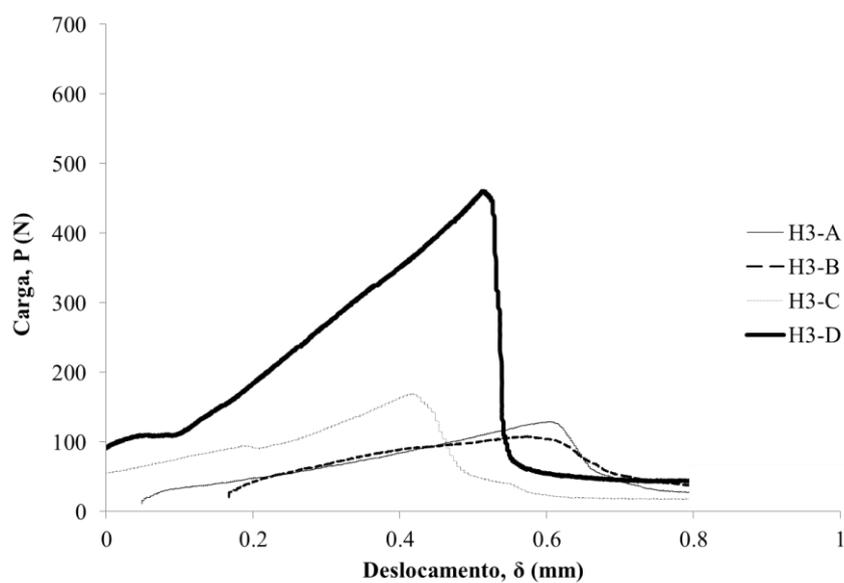


Figura 3.8- Curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente para os provetes H3 da 2ª campanha de ensaios.

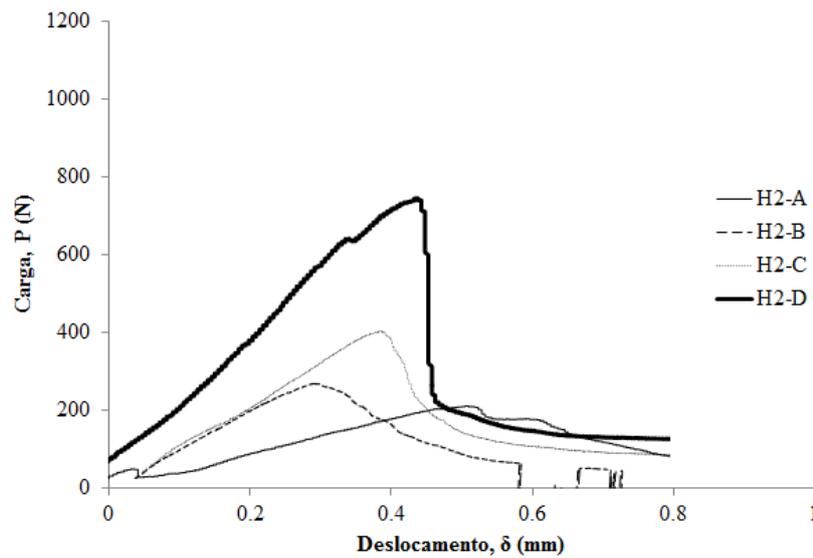


Figura 3.9- Curvas P - δ obtidas experimentalmente para os provetes H2 da 1ª campanha de ensaios.

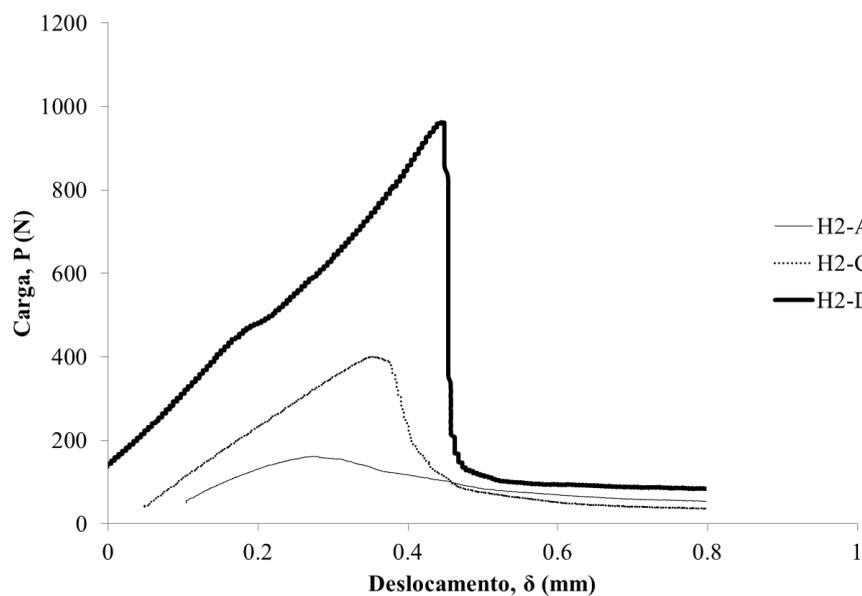


Figura 3.10- Curvas P - δ obtidas experimentalmente para os provetes H2 da 2ª campanha de ensaios.

Tendo em conta os gráficos apresentados, é possível observar-se a evolução das curvas P - δ com o tempo de cura: tal como era expectável, para a mesma dimensão do provete, registou-se o aumento da resistência (P_u), bem como da rigidez inicial à flexão (R_i) com o tempo de cura - obtida a partir do declive da reta pré-pico. Os provetes H3-A e H3-B da 2ª campanha de ensaios (Figura 3.8) foram uma exceção, uma vez que o provete H3-A (5 dias de

cura) apresentou uma resistência e uma rigidez inicial ligeiramente superior ao provete H3-B (8 dias de cura). Tal pode ser justificado por algum parâmetro relativo à configuração do ensaio de fratura que terá influenciado os resultados, e/ou pela diferença entre os tempos de cura não ser significativa.

Na Tabela 3.6, apresentam-se os valores obtidos da resistência (P_u) e da rigidez inicial à flexão (R_i), bem como do módulo de elasticidade (E). O módulo de elasticidade foi obtido através de uma relação de proporcionalidade com a R_i , utilizando-se um método inverso, baseado no modelo de elementos finitos que será descrito mais à frente nesta dissertação. Assim, tal como se observa na Tabela 3.6, também o valor desta propriedade aumenta com o aumento do tempo de cura.

Os valores de P_u , R_i e E são superiores para as dimensões de H2 (i.e., para os provetes de maiores dimensões). No entanto, entre provetes com a mesma dimensão e mesmo tempo de cura (por exemplo, os provetes H3-A da 1ª e 2ª campanha), constata-se uma dispersão considerável, o que pode ser deduzido pelos gráficos da Figura 3.11 e da Figura 3.12.

Tabela 3.6 - Valores de P_u , R_i e E para todos os provetes.

	P_u (N)		R_i (N/mm)		E (MPa)	
	1ª camp.	2ª camp.	1ª camp.	2ª camp.	1ª camp.	2ª camp.
H3-A	62,4	129,9	285,5	200,2	97,2	68,2
H3-B	83,6	108,5	396,3	227,7	135	77,6
H3-C	197,6	169,9	566	399,4	193	135,8
H3-D	573,7	460,8	1427	878,4	487	298,8
H2-A	212,8	162,2	440,7	655,7	99,9	148,7
H2-B	271,0	-	998,1	-	226,6	-
H2-C	405,7	401,1	1187,6	1171,4	269,2	265,73
H2-D	746,9	962,5	1916,2	2116,2	435,6	480,4

Como se pode comprovar por observação das seguintes Figuras, foram obtidas curvas P - δ significativamente diferentes para provetes da mesma categoria, o que vai de encontro com a dispersão das propriedades observada na Tabela 3.6. No entanto, nota-se que as curvas

correspondentes a H2-C e H2-D de ambas as campanhas de ensaio apresentam um comportamento relativamente semelhante.

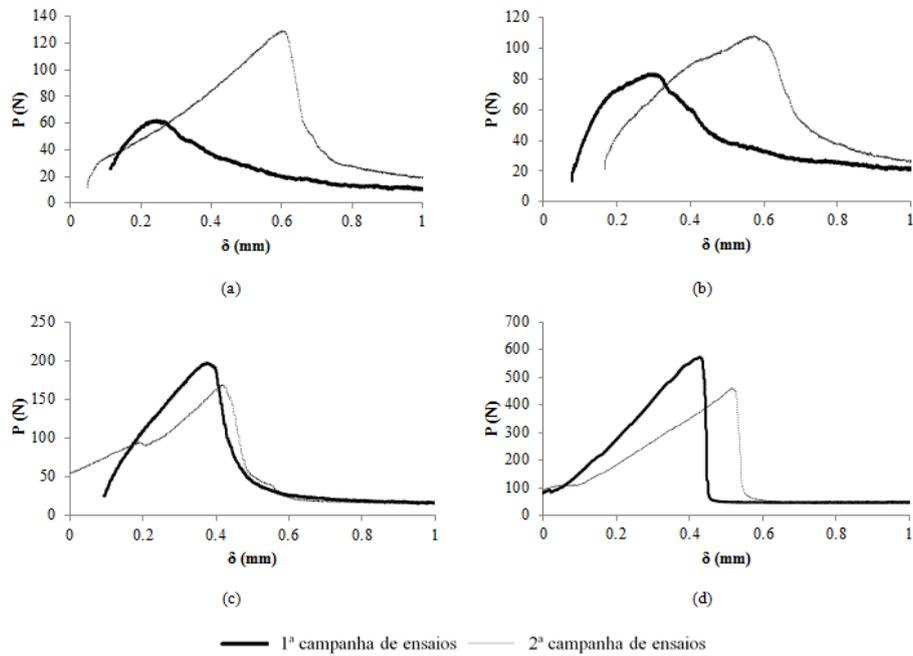


Figura 3.11 - Comparação entre as curvas $P-\delta$, dos provetes H3-: (a) A; (b) B; (c) C; (d) D.

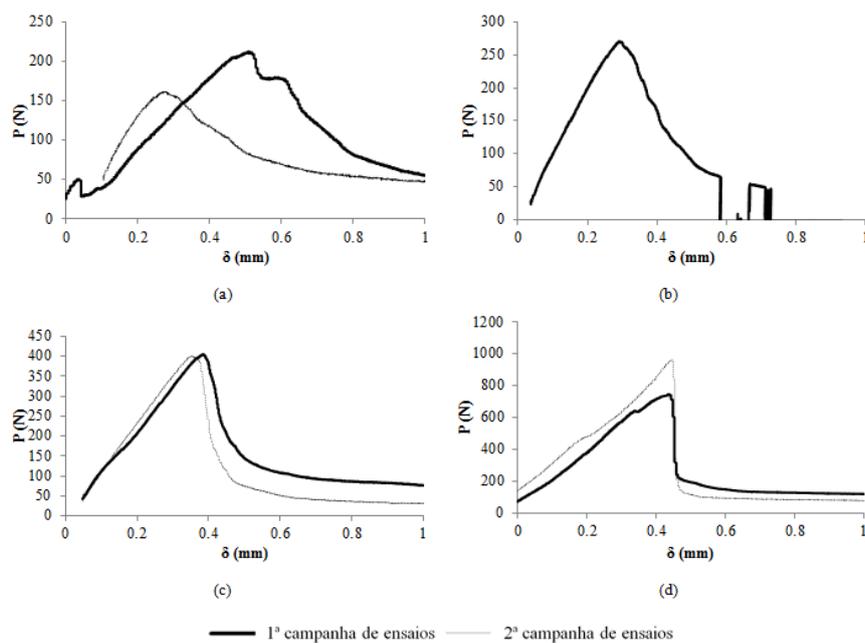


Figura 3.12 - Comparação entre as curvas $P-\delta$, dos provetes H2-: (a) A; (b) B; (c) C; (d) D.

Não obstante os fatores intrínsecos ao próprio ensaio, especula-se que a principal razão para esta discrepância esteja relacionada com as diferentes condições ambiente (de cura) a que os provetes foram sujeitos nas duas campanhas de ensaios.

Repara-se ainda que não se obteve a curva $P-\delta$ do provete H2-B da 2ª campanha de ensaios, uma vez que o mesmo fraturou antes do início do ensaio de flexão, não podendo ser substituído.

No que diz respeito ao comportamento do material, destaca-se o efeito que as fibras têm no pós-pico da curva $P-\delta$. Originariamente, o geopolímero é um material frágil, ou seja, é um material que atingiria a rotura imediatamente após a carga máxima. No entanto, a adição de fibras permite que o material continue a dissipar uma quantidade não negligenciável de energia de fratura depois de alcançada a carga máxima, o que é visível pela carga residual que se prolonga no regime de pós-pico. Este fenómeno é visível pelas pontes de fibras que se observaram durante os ensaios de fratura (Figura 3.13).

Contudo, observa-se que à medida que o tempo de cura aumenta, em particular aos 54 dias de cura (H3-D e H2-D), o material admite um comportamento cada vez mais frágil, visível pela redução abrupta após o pico de carga (Figura 3.11-(d) e Figura 3.12-(d)).



Figura 3.13 - Propagação da fenda durante o ensaio de fratura, salientando-se a presença das fibras.

Em alguns ensaios, a fratura dos provetes não correspondeu à separação completa do provete em duas partes (Figura 3.14), resultado do fenómeno de ponte de fibras.

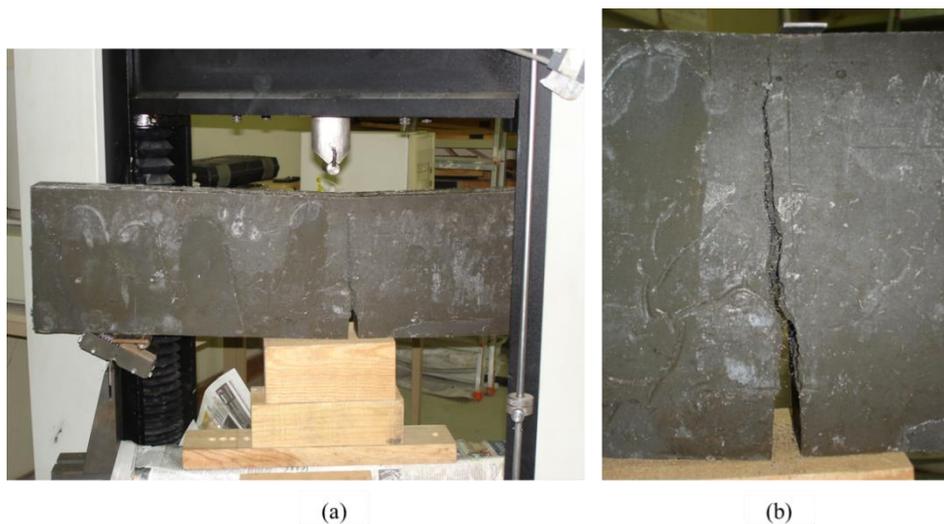


Figura 3.14 - Provete após atingir a rotura (a) apoiado pelos blocos de madeira e apoios; (b) pormenor da ponte de fibras na abertura da fenda.

Na Figura 3.14 observa-se que a parte superior do provete continua unida. Este fenómeno deveu-se à presença das fibras (Figura 3.15).



Figura 3.15 - Distribuição das fibras, na secção de fratura do provete.

CAPÍTULO IV

Modelação numérica

Na análise de um sistema físico em engenharia, é desenvolvido um modelo matemático para descrever o seu comportamento, que resulta num conjunto de equações diferenciais e condições conhecidas. No entanto, normalmente existe uma elevada dificuldade em obter soluções analíticas exatas através destas equações diferenciais. Tal dificuldade é contornada utilizando-se métodos numéricos de discretização, que permitem fazer a aproximação das equações diferenciais a um conjunto de equações algébricas resolúveis no computador, o qual vai ser aplicado a cada pequeno domínio (temporal e/ou espacial) do problema.

O Método de Elementos Finitos (MEF), que é um dos métodos de discretização, requer a divisão do domínio geométrico do problema em vários subdomínios mais simples - criação da malha numérica - e cada um desses subdomínios é denominado de elemento finito. São aplicadas as equações a cada elemento finito individualmente, obtendo-se no final a solução aproximada para todo o domínio do problema.

No presente capítulo aborda-se o procedimento numérico, apresentando-se o modelo de Fick para a difusão e os modelos coesivos e o método CBBM para a fratura. Tendo por base a informação experimental, recorreu-se ao MEF para a identificação das propriedades do material.

4.1. Modelo da difusão de humidade

Quando há diferença de temperatura num meio, a tendência natural é a transferência de calor do corpo a mais alta temperatura para o de mais baixa temperatura (até se atingir o equilíbrio térmico). Analogamente, quando um sistema contém dois ou mais componentes cujas concentrações variam de ponto para ponto, há uma tendência para que a massa seja

transferida da região de alta concentração para a de baixa concentração, de modo a minimizar as diferenças de concentração dentro do sistema. Estas “tendências” são conhecidas como força motriz, que na transferência de calor corresponde à diferença de temperaturas, enquanto na transferência de massa é a diferença de concentrações.

O transporte de um constituinte de uma região de alta concentração para outra de baixa concentração chama-se transferência de massa ou difusão. Muitas experiências do dia-a-dia envolvem transferência de massa, como por exemplo, a água que se evapora de uma lagoa para aumentar a humidade do ar envolvente [30].

Neste caso em particular, vai-se estudar a transferência de massa (água) dos provetes geopoliméricos saturados (com concentração elevada de água) para o ar envolvente (concentração baixa de água).

4.1.1. Leis da difusão

A difusão é definida como sendo o processo através do qual a matéria é transportada de uma parte do sistema para outra, como resultado do movimento molecular aleatório [31].

Fick, reconhecendo a analogia existente entre a difusão e a transferência de calor - a qual também resulta do movimento molecular aleatório -, adotou, para o caso da difusão, as equações matemáticas da transferência de calor por condução previamente desenvolvidas por Fourier (primeira e segunda lei de Fourier, respetivamente (4.1) e (4.2)):

$$q = -k \cdot \nabla T \quad (4.1)$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \quad (4.2)$$

, com

$$\alpha = \frac{k}{\rho c_p}$$

, dando origem desta forma à primeira e segunda lei de Fick para a difusão:

$$J = -D.\nabla C \quad (4.3)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \right) \quad (4.4)$$

q representa o fluxo de calor, k a condutividade térmica, T a temperatura, ∇T o gradiente de temperatura, α a difusividade térmica, ρ a massa volúmica e c_p o calor específico; J o fluxo difusivo, D o coeficiente de difusão e C a concentração.

Enquanto a primeira lei de Fick é utilizada para descrever o processo de difusão no estado estacionário (ou seja, quando a concentração, C , não varia com o tempo) a 2ª lei de Fick é aplicada para a difusão no estado transiente ou não-estacionário (há variação de C com o tempo e a distância).

A primeira lei de Fick (4.3) enuncia que o fluxo difusivo, J , é diretamente proporcional à variação da concentração (∂C) e inversamente proporcional à distância ($\partial x, \partial y, \partial z$). O sinal negativo indica que o fluxo ocorre no sentido oposto ao aumento da concentração.

A segunda lei de Fick (4.4), maioritariamente utilizada nos problemas de difusão, expressa a velocidade de alteração da concentração do soluto em função do tempo e da distância.

Nesta dissertação será utilizada a segunda lei de Fick para reproduzir, tridimensionalmente e por métodos numéricos, a difusão da humidade nos geopolímeros (e respetiva perda de massa dos provetes), recorrendo-se, para tal, ao *software* de Elementos Finitos (EF) ANSYS. Este *software* não possui um tipo de análise que permita a resolução explícita de problemas de difusão. De entre os vários tipos de análises que o ANSYS possibilita, encontra-se a análise térmica. Assim, vai-se adaptar a análise térmica e as respetivas equações e propriedades de transferência de calor para o caso da difusão descrito nesta dissertação, uma vez que, como já referido anteriormente, há uma analogia entre estes dois fenómenos.

4.1.2. Analogia entre as variáveis da transferência de calor e da difusão

Como previamente mencionado, Fick formulou a primeira e segunda lei da difusão tendo por base as equações de transferência de calor por condução desenvolvidas por Fourier, tornando-se assim possível estabelecer uma correspondência entre os fenómenos de difusão e de transferência de calor.

Retomando as expressões (4.4) e (4.2), respetivamente a 2ª Lei de Fick e 2ª lei de Fourier, e uma vez que se pretende aplicar no ANSYS a 2ª lei de Fick por intermédio da 2ª lei de Fourier, pode-se deduzir uma correspondência entre as variáveis das duas leis, tal como apresentado na Tabela 4.1:

Tabela 4.1 - Analogia entre as propriedades de transferência de calor e as propriedades de difusão, a introduzir no ANSYS.

Análise	Transferência de calor	Difusão
Variável a determinar	T (°C)	Humidade, $W = C / C_{sat}$
	ρ (kg/m ³)	1
Variáveis introduzidas	c_p (J/kg°C)	C_{sat} (kg/m ³)
	k (W/m°C)	$D \times C_{sat}$ (kg/s.m)

com W a corresponder à humidade ou concentração relativa, C_{sat} à concentração de saturação e D ao coeficiente de difusão.

Como se pode observar, introduziu-se aqui uma nova variável, a humidade W , a qual pode admitir valores entre 0 (estado seco) e 1 (estado saturado).

$$W = \frac{C}{C_{sat}}$$

4.1.3. Propriedades e condições da difusão

Para a resolução numérica do problema de difusão em causa, é necessário ter o conhecimento dos valores do coeficiente de difusão D e da concentração de saturação C_{sat} do material, assim como das condições inicial e de fronteira.

Quanto a D e C_{sat} , estes valores podem ser determinados a partir da curva característica da secagem obtida experimentalmente (relembrar Figura 2.19).

De acordo com [32], a partir desta curva experimental pode-se estimar o coeficiente de difusão D através da expressão:

$$D = \pi \left(\frac{e}{4M_e} \right)^2 \left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \right)^2 \quad (4.5)$$

sendo e a espessura da amostra.

A concentração de saturação C_{sat} é uma propriedade única de cada material, dependente das suas características e das condições ambientais a que o mesmo é sujeito. Esta variável pode ser determinada através da expressão:

$$C_{sat} = \frac{m_i \times \frac{M_e}{100}}{V} \quad (4.6)$$

representando V o volume da amostra.

Em relação às condições iniciais e de fronteira para um problema de secagem, as mesmas assumem os seguintes valores:

- Condição inicial: $W = 1$ (provete inicialmente no estado saturado, com concentração máxima de água);
- Condição de fronteira: $W = 0$ (superfícies expostas às condições ambiente com concentração mínima de água, devido à sua evaporação).

A condição inicial aplica-se a todo o domínio da amostra no instante inicial, enquanto a condição de fronteira aplica-se às superfícies da amostra em contacto com a vizinhança.

4.1.4. Simulação numérica

Apesar das curvas experimentais não apresentarem um comportamento adequado para serem representadas numericamente com boa concordância, vão-se realizar análises numéricas para o caso da difusão desta dissertação. Desta forma, vão-se assumir algumas considerações de modo a estimar os valores das propriedades de difusão deste material.

De seguida descrevem-se os recursos utilizados para esta análise numérica, assim como o seu procedimento.

4.1.4.1. *Software* ANSYS

O ANSYS é um *software* comercial de modelação e simulação numérica, que emprega o método de elementos finitos (MEF) para a realização de uma vasta gama de análises com interesse na engenharia, como a análise estrutural, térmica, acústica e eletromagnética. Recorreu-se ao ANSYS para a análise da difusão da humidade nos provetes geopoliméricos embora, como já foi referido, o mesmo não seja dotado de um tipo de análise dirigido para problemas de difusão.

A interação com este *software* pode ser realizada através da sua interface gráfica, através da sua linguagem de programação denominada APDL (*ANSYS Parametric Design Language*), muito semelhante às linguagens de programação FORTRAN ou BASIC, ou através de uma combinação de ambas.

Nesta dissertação optou-se por se efetuar a análise apenas pelo desenvolvimento de um código de programação em APDL, de modo a otimizar todo o processo de simulação.

De um modo geral, a resolução de um problema no ANSYS por EF pode ser subdividido em 3 etapas principais: pré-processamento, solução e pós-processamento.

4.1.4.2. Etapas do código

De seguida vão se descrever estas etapas, fazendo-se referência ao problema em causa.

- **Pré-processamento**

Esta é a etapa de definição do problema, onde são introduzidos os dados referentes à geometria do modelo, às propriedades do material (D, C_{sat}, m_i, t_e) e ao tipo e comprimento do EF a utilizar.

Os valores das propriedades do material, como já foi mencionado, são obtidos através dos resultados experimentais. No entanto, observou-se anteriormente que as curvas de secagem experimentais não admitem o comportamento característico: para além dos valores da perda de massa $M(\%)$ apresentarem uma certa dispersão, não foi atingido o equilíbrio. Daí advém a dificuldade em introduzir valores concretos da concentração de saturação C_{sat} (que é calculado com base na M_e - equação (4.6)), do coeficiente de difusão D (que para além da M_e requer também valores de $M(\%)$ lineares com \sqrt{t} - equação (4.5)), e do tempo de equilíbrio t_e .

Também não se encontrou na literatura valores de referência destas propriedades que pudessem ser utilizados. Apenas no estudo [6] se disponibilizam valores de M_e, t_e e D , mas para o caso da hidratação e para tempo de equilíbrio inferiores a 54 dias.

Desta forma, vai-se especular sobre as propriedades da difusão. Considerou-se que aos 54 dias de secagem foi atingido o equilíbrio. Poder-se-ia adotar outros t_e e M_e superiores, mas isso iria desencadear um infinito leque de opções de especulação, muito provavelmente desprovido de qualquer fundamento. Assim, t_e equivale a 54 dias e M_e à correspondente perda de massa obtida experimentalmente.

Para o cálculo do valor de D , vai-se empregar diferentes pontos de $M(\%)$ de modo a seleccionar quais permitem obter um D mais adequado.

Também, antes de se avançar para as simulações numéricas de todos os conjuntos de provetes, vão-se realizar dois casos de estudo, de modo a determinar qual o tipo de EF e o refinamento da malha que permitem obter uma melhor concordância entre os resultados numéricos e os resultados experimentais.

Assim, nesta etapa são definidos os seguintes parâmetros:

- **Geometria do modelo**- prisma retangular com as dimensões referentes aos provetes H3 e H2.
- **Massa inicial, m_i** - massa inicial média de cada conjunto de provetes, de acordo com a sua dimensão e campanha de ensaios.
- **Tempo de simulação**- tempo máximo que os provetes foram sujeitos à secagem (54 dias).
- **Concentração de saturação, C_{sat}** - calculou-se a partir da equação (4.6), para $M_e = M(54\text{dias})$.
- **Coefficiente de difusão, D** - calculou-se para vários valores de $M(\%)$, de modo a determinar o mais satisfatório - equação (4.5).
- **Tipo de elemento finito**- fez-se uma primeira análise ao tipo de EF aplicável a análises térmicas em 3D: SOLID 70, SOLID87 ou SOLID 90.
- **Refinamento da malha**- fez-se uma segunda análise ao grau de refinamento da malha a utilizar para se obterem resultados mais precisos. Os comprimentos dos elementos utilizados nessa análise foram de 0,25 cm , 0,4 cm , 0,5 cm e 0,75 cm .

- **Solução**

Nesta etapa é definido o tipo de análise, que neste caso é transiente, pois pretende-se determinar a distribuição da humidade com o tempo e com o espaço.

Também as condições inicial e de fronteira foram aqui definidas. Como já referido anteriormente, para o caso da secagem a condição inicial a aplicar é $W = 1$, uma vez que inicialmente o provete possuía a concentração máxima de água; a condição de fronteira é de $W = 0$.

- **Pós-Processamento**

Por fim, esta etapa permite obter os resultados da simulação na forma de gráfico, diagrama de contorno ou lista.

No código desenvolvido, foram introduzidas linhas de modo a obter-se os contornos de humidade no centro do provete e também para calcular a variação da perda de massa do provete com o tempo e representá-la graficamente.

4.1.4.3. Casos de estudo

Com os presentes casos de estudo, pretende-se determinar o tipo de EF e o grau de refinamento da malha mais adequados para esta análise numérica da difusão, de modo a adoptá-los nas simulações dos vários conjuntos de provetes.

A partir daqui, ao invés de se utilizarem todas as curvas experimentais obtidas em cada campanha de ensaios, optou-se por criar uma curva média representativa de cada conjunto de provetes: conjunto H3 - 1ª campanha de ensaios, conjunto H2 - 1ª campanha de ensaios, conjunto H3 - 2ª campanha de ensaios, conjunto H2 - 2ª campanha de ensaios.

Com isto, pretende-se reduzir o número de curvas a estudar, por uma questão de facilidade de tratamento e análise de dados.

Assim, para ambos os casos de estudo, recorreu-se à curva experimental média do conjunto de provetes H3 - 1ª campanha de ensaios.

Apenas o tipo de EF e o refinamento da malha foram alterados nos respetivos casos de estudo, permanecendo os restantes parâmetros intactos.

4.1.4.3.1. Influência do tipo de elemento finito

De forma a avaliar a influência do EF, recorreu-se a três tipos de elementos usados nas análises térmicas em três dimensões: SOLID70, SOLID87 e SOLID90.

Estes EF têm também em comum a aplicação em problemas de condução de calor no estado estacionário ou transiente e o facto dos seus nós possuírem apenas um grau de liberdade (a temperatura ou, para este caso, a humidade W).

Contudo, diferem principalmente no número de nós que contêm: o SOLID70 tem 8 nós, o SOLID87 é constituído por 10 nós e o SOLID90 por 20 nós.

No seguinte gráfico (Figura 4.1) apresentam-se os resultados obtidos com estes elementos finitos:

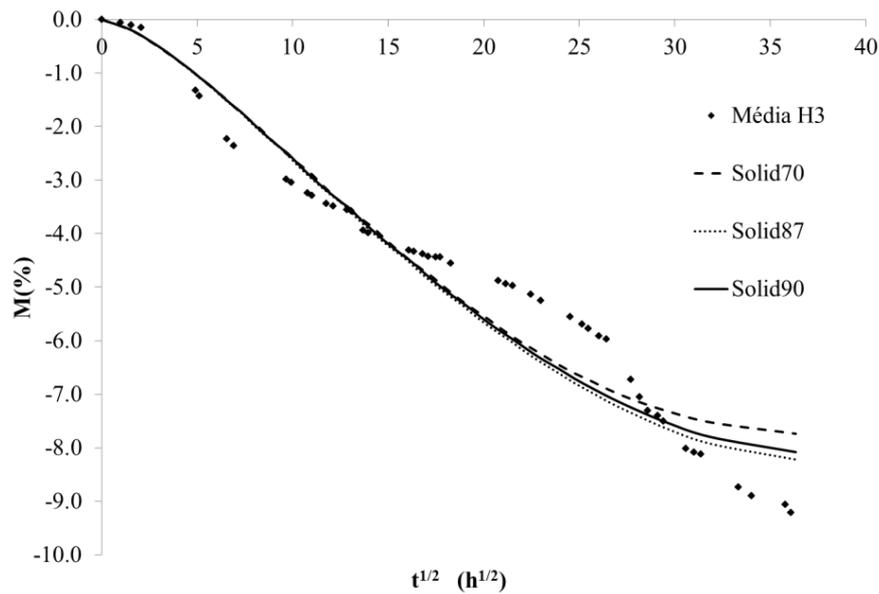


Figura 4.1- Resultados obtidos para os diferentes tipos de EF.

A atenção vai incidir sobre a zona próxima do patamar de equilíbrio, onde a influência do tipo de EF se faz notar. A restante curva não demonstra tanto interesse de análise, pois não há diferenças significativas em função do tipo de elemento.

Pode-se observar que o elemento finito SOLID87 apresenta o melhor resultado, com um erro da M_e numérica de 11,6% em relação à M_e experimental (Tabela 4.2).

Tabela 4.2- Erro entre a M_e numérica e a M_e experimental, para os diferentes EF.

Elemento finito	SOLID70	SOLID87	SOLID90
M_e (%) experimental		9,3	
M_e (%) numérica	7,74	8,22	8,08
Erro M_e (%)	16,8	11,6	13,1

Assim, o EF selecionado para as simulações é o SOLID87.

4.1.4.3.2. Influência do grau de refinamento da malha

Para o estudo do grau de refinamento da malha numérica, utilizaram-se quatro comprimentos do elemento finito: 0,25 cm , 0,4 cm , 0,5 cm e 0,75 cm , obtendo-se a malha mais refinada, neste caso, para o comprimento de 0,25 cm .

Na Figura 4.2 apresentam-se os resultados obtidos.

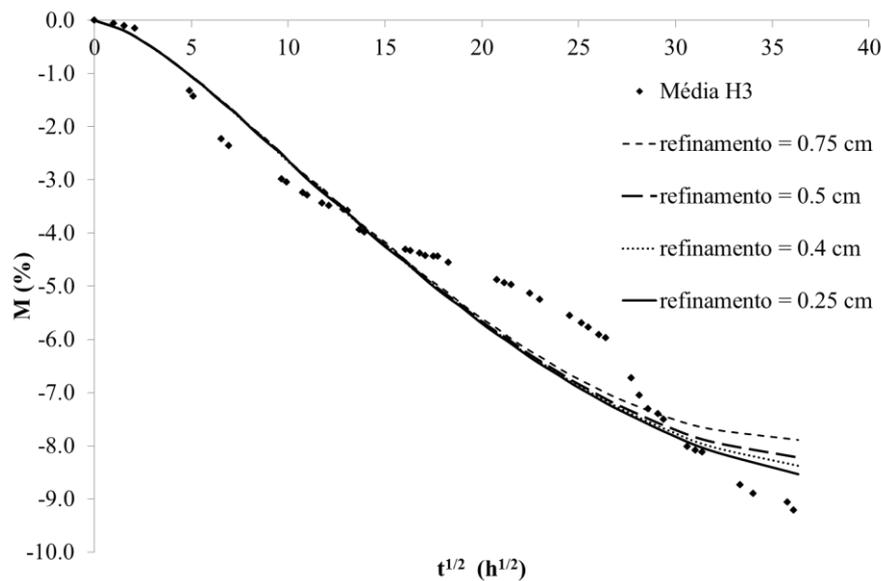


Figura 4.2- Resultados obtidos para os diferentes refinamentos da malha numérica.

Mais uma vez, o interesse na análise da curva recai sobre a região próxima do equilíbrio.

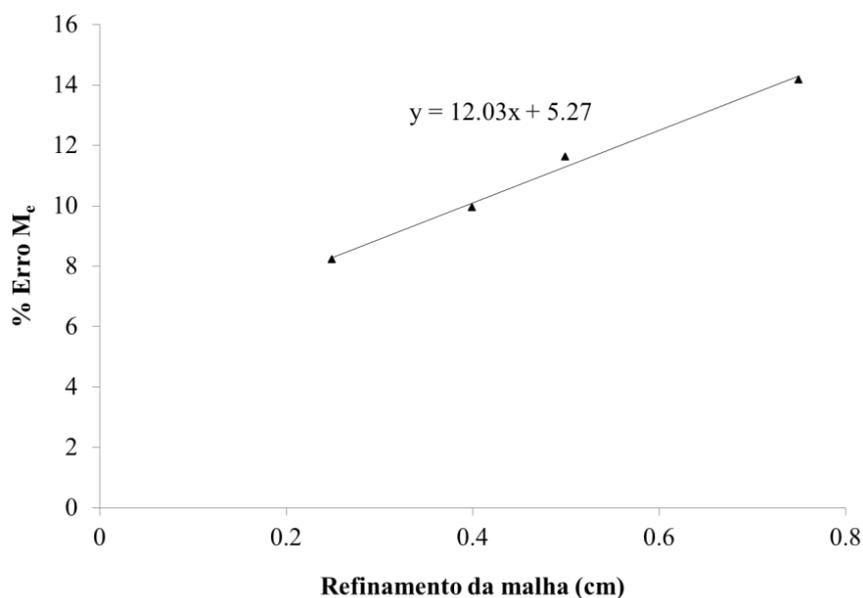
Como se pode observar, à medida que a malha se torna mais refinada, reproduzem-se melhores resultados pois a M_e obtida numericamente aproxima-se da M_e experimental. Na tabela que se segue (Tabela 4. 3) apresentam-se os erros das M_e numéricas em relação à M_e experimental, para todos os refinamentos.

Tabela 4. 3- Erro da M_e numérica em relação à M_e experimental.

Refinamento	0,25 cm	0,4 cm	0,5 cm	0,75 cm
M_e (%) experimental		9,3		
M_e (%) numérica	8,54	8,38	8,22	7,98
Erro (%)	8,2%	9,9%	11,6%	14,2%
Tempo de simulação (h)	50	2	0,25	0,05
Nº de elementos gerados	1 517 558	366 223	184 943	62 573

Assim, tal como esperado, dos refinamentos testados, aquele que apresenta o menor erro é o de 0,25 cm (8,23%).

Na Figura 4.3 apresenta-se a diminuição do erro de M_e em função do grau de refinamento, para o presente caso de estudo. A tendência é para esse erro diminuir se se aumentar ao grau de refinamento, ou seja, se se adotarem comprimentos do EF mais pequenos. No entanto, observa-se que se essa tendência se mantiver linear para malhas mais refinadas, haverá ainda um erro de cerca de 5,27% para malhas que apresentem um comprimento de EF a tender para 0 cm .

Figura 4.3- % de Erro da M_e em função do refinamento da malha.

Voltando aos resultados obtidos com o refinamento de 0,25 cm , a simulação para este refinamento decorreu durante cerca de 50 h, resultado dos 1 517 558 EF gerados devido ao comprimento do elemento. Deste modo, este refinamento revela-se desadequado, pois a simulação é demasiado longa e injustificável face à precisão dos acordos numérico - experimentais que se irão obter.

Portanto, tendo em conta a relação entre a qualidade dos resultados experimentais e a capacidade dos resultados numéricos em os reproduzir, e ponderando a relação entre a qualidade do refinamento e o tempo de simulação associado, optou-se por se seleccionar uma malha refinada em 0,5 cm para os provetes H3. O tempo de simulação para esta malha é bastante mais reduzido (cerca de 0,5% do tempo de simulação para o refinamento de 0,25 cm) pois são gerados um número muito inferior de EF (apenas 12% dos EF da malha de 0,25 cm), embora o seu erro seja superior em 3,4%.

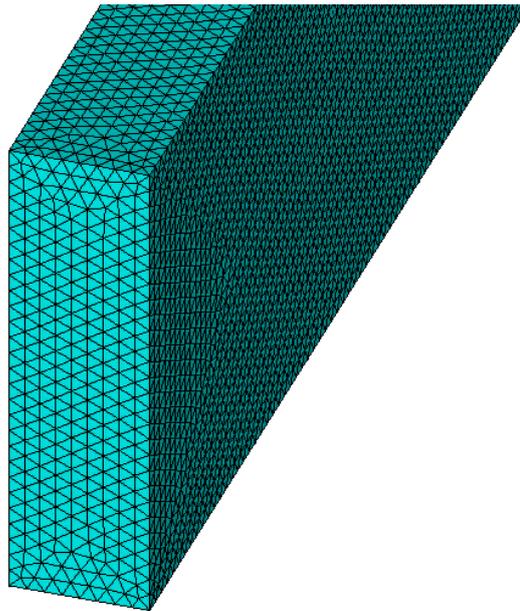


Figura 4.4- Grau de refinamento da malha aplicada ao provete H3.

Contudo, para os provetes H2, de maiores dimensões, uma malha de 0,5 cm gera um elevado número de EF (656 435) e, conseqüentemente, um elevado tempo de simulação (2,5h). Assim, optou-se por utilizar, para este caso, um refinamento de 0,75 cm , que dá origem a 184 690 EF e cujo tempo de simulação é de cerca 0,25 h.

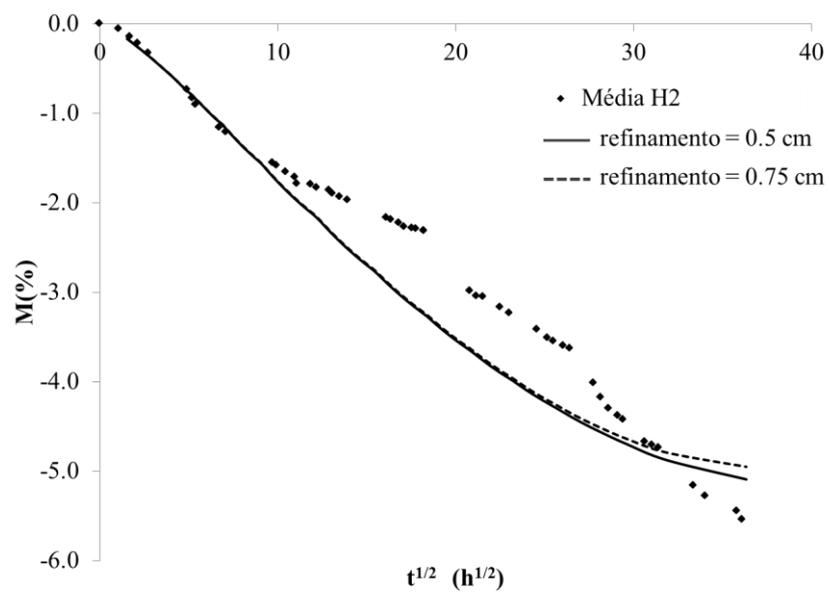


Figura 4.5- Resultados obtidos para diferentes refinamentos em provetes H2.

O erro associado à malha de 0,75 cm é de 11,6%; já para um refinamento de 0,5 cm o erro é de 9,1%.

4.2. Modelo de Fratura

Neste Capítulo abordam-se os modelos coesivos, que permitem simular o comportamento à fratura de um material quase-frágil, assim como o método de calibração da flexibilidade baseado na teoria de vigas e no conceito de fenda equivalente (CBBM), como procedimento a adotar na determinação da curva de *Resistência* (curva-*R*) e, conseqüentemente, na avaliação do valor da taxa crítica de libertação de energia de fratura (G_F) em modo I (tenacidade à fratura). Apresenta-se também a modelação numérica dos ensaios SEN-TPB e a sua validação experimental.

4.2.1. Modelos coesivos

Os conceitos clássicos da teoria da Mecânica da Fratura Linear Elástica (LEFM) têm demonstrado ser uma ferramenta útil na resolução de problemas de fratura em que o provete é dotado de um entalhe como fenda ou defeito e onde a zona não linear criada imediatamente a seguir à extremidade da fenda - Zona de Processo de Fratura (*fracture process zone*, FPZ) - é negligenciável [33]. No entanto, a fratura de materiais quase-frágeis, como o betão, madeira, osso ou compósitos de fibras (que é o caso deste estudo), é caracterizada pela formação de uma FPZ de dimensões consideráveis (Figura 4.6), onde se desenvolvem fenómenos de amaciamento como micro-fissuração e ponte de fibras. Assim, a FPZ desenvolvida nos materiais quase-frágeis dificulta a identificação exata da extremidade da fenda, tornando-se inadequado o uso da LEFM para determinar a energia de fratura nestes materiais, uma vez que esta teoria requer a medição do comprimento de fenda, a qual é monitorizada durante a sua propagação.

Uma das abordagens para modelar numericamente a FPZ corresponde à utilização de modelos coesivos (modelos de fenda coesiva ou fictícia), que descrevem de forma simples os processos de degradação que ocorrem no material, tendo em consideração os aspetos básicos que estão na origem do comportamento não linear observado na região próxima da extremidade da fenda. Nesta abordagem, a totalidade da FPZ deve ser aglomerada num segmento de reta de acordo com a direção do caminho da fenda e é caracterizada na forma de uma lei de relaxação do tipo tensão-deslocamento relativo (f vs w).

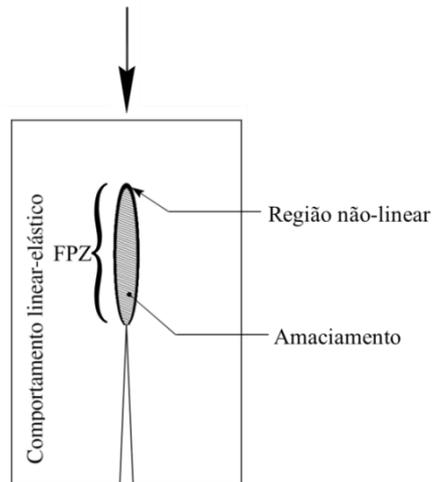


Figura 4.6- FPZ na extremidade da fenda de um material quase-frágil.

O aspeto mais importante dos modelos coesivos é a curva de amaciamento que caracteriza o material (quase-frágil), a qual pode ser identificada recorrendo-se a métodos inversos que combinam informação numérica com informação experimental [34].

Na sequência de trabalhos desenvolvidos por vários autores no âmbito dos modelos coesivos, surgiu o modelo de dano bilinear proposto por Petersson [35] para o betão. Este modelo de relaxação permite efetuar a previsão do comportamento do material em processo de degradação irreversível, para modo I, em presença de uma fenda, como resultado da observação experimental de micro-fissuração e ponte de fibras. O modelo de dano bilinear é composto por duas retas descendentes, que caracterizam o material em regime de amaciamento (isto é, redução gradual das tensões na extremidade da fenda), tal como se observa na Figura 4.7. A primeira reta é caracterizada pelo ponto máximo de tensão (w_0, f_t) e pelo ponto de inflexão (w_b, f_b), e a energia dissipada, que é atribuída ao fenómeno de “micro-fissuração”, recebe a designação de $G_{f\mu}$; a segunda reta encontra-se definida entre os pontos de coordenadas (w_b, f_b) e ($w_c, 0$), e a energia dissipada resultante do fenómeno de “ponte de fibras” é denominada por G_{fb} . O somatório destas energias dissipadas resulta na energia de fratura coesiva, ou seja, $G_F = G_{f\mu} + G_{fb}$, a qual pode ser obtida pela área da lei bilinear do dano (Figura 4.7):

$$G_F = \frac{f_t w_b}{2} + \frac{f_b w_c}{2} \quad (4.7)$$

G_F representa a energia requerida para separar completamente dois nós da interface, na zona de ligamento.

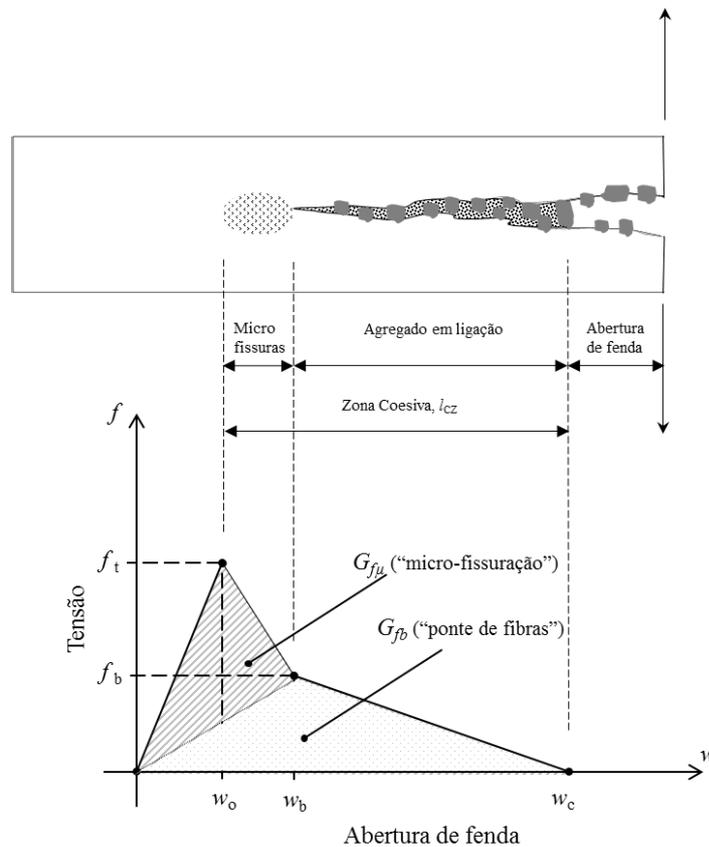


Figura 4.7- Zona Coesiva e Modelo de dano de Petersson.

No estudo realizado em [34], envolvendo a geometria SEN-TPB, identificou-se a combinação de parâmetros da lei de Petersson capaz de reproduzir o fenómeno de fratura de duas espécies de madeira geralmente utilizadas em componentes estruturais. Neste estudo modelou-se a FPZ do material, a partir da simulação por EF do dano desenvolvido na extremidade da fenda, mediante a disposição de EF de interface previamente posicionados ao longo do caminho da fenda, com parâmetros coesivos característicos do material a simular. Segundo este procedimento, uma vez instalada na extremidade da fenda uma tensão f igual à resistência local à tração f_t , considera-se que teve início o dano. Tendo em conta que, de acordo com a evidência experimental, uma vez observada uma fenda, a estrutura ainda é capaz de resistir ao carregamento que lhe é imposto, na modelação por EF a tensão normal instalada f não se reduz bruscamente a zero, seguindo dessa forma uma lei (e.g., de

configuração bilinear), em função da abertura da fenda w . Assim, considera-se que a propagação da fenda só se concretiza quando a abertura da fenda w for igual ou superior a w_c (abertura crítica da fenda). Como consequência, uma vez que o EF de interface tem espessura nula, a propagação da fenda (numérica) corresponde à separação de dois nós inicialmente coincidentes. Desta forma, considera-se que a extensão da zona coesiva (zona onde ocorre o dano) corresponde à distância (medida ao longo do caminho da fenda) entre o primeiro par de nós junto à extremidade da fenda, cuja tensão instalada se encontra entre $f_t > f > 0$, e a posição do ponto de integração do EF de interface oposto, para o qual a tensão instalada é $f = f_t$. O comprimento da fenda numérico a_{num} representa a distância (medida ao longo do caminho da fenda) entre a extremidade livre (para o caso do SEN-TPB) e a posição do primeiro par de nós do EF de interface (ainda) coincidentes.

A propagação de uma fenda de comprimento a , de uma quantidade de δa está associada à dissipação de uma quantidade de energia $\delta W = G_F (B \cdot \delta a)$, sendo G_F a energia requerida para separar o material para uma determinada carga P e $B \cdot \delta a$ a área da superfície fraturada.

De notar que o início da curva de *Resistência* (curva- R) tem lugar antes de alcançada a carga máxima P_u . No entanto, o comprimento de fenda correspondente a P_u (a_u) é inferior ao comprimento de fenda característico, a_c , que define o início da propagação da fenda à resistência de fratura constante [36]. Desta forma, à carga máxima corresponde uma taxa de libertação de energia de fratura inferior à taxa crítica de libertação de energia de fratura G_F (Figura 4.8).

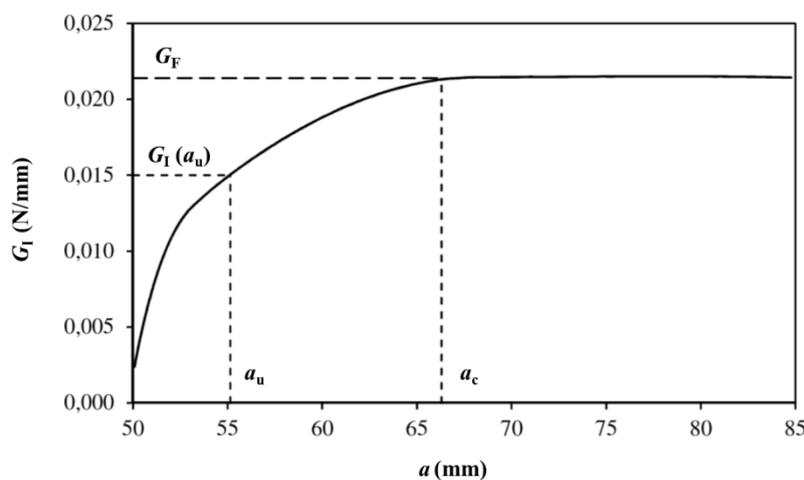


Figura 4.8- Curva de Resistência típica. (Adaptado [37]).

4.2.2. Método CBBM

4.2.2.1. Descrição do procedimento

Foi referido anteriormente que, em materiais quase-frágeis, devido ao desenvolvimento de uma FPZ não-negligenciável na extremidade da fenda, é muito difícil medir-se com precisão o comprimento da fenda durante a sua propagação. Este facto impede que nestes materiais se obtenha a curva- R através de métodos clássicos, visto que estes se baseiam na monitorização do comprimento de fenda durante os ensaios de fratura. Outro aspeto associado à exatidão dos valores estimados da energia de fratura, está relacionado com o facto de que o estado de tensão instalado no início da fenda afeta com frequência o desenvolvimento natural da FPZ. De facto, se o livre desenvolvimento da FPZ não estiver garantido *a priori*, então a energia medida é sobrestimada devido a este efeito [38]. Esta observação está indiscutivelmente relacionada com a escolha da geometria e da altura do provete, e em particular com o comprimento de ligamento (i.e., distância da extremidade da fenda até ao bordo mais distante do provete, segundo a direção seguida pela fenda). Como previamente observado [38], a cinemática do ensaio SEN-TPB (Figura 4.9) induz tensões de compressão ao longo de uma parte do comprimento de ligamento ($H-a$), que não deverá sobrepor-se à região da FPZ, de modo a permitir a avaliação rigorosa da energia de fratura. A interação da zona de processo de fratura (FPZ) com os limites do provete revelou-se uma questão crucial para a definição do tamanho do provete adequado, o que pode comprometer a medição rigorosa da tenacidade à fratura. A definição da altura, H , pode ser efetuada com base no método de calibração da flexibilidade baseado na teoria de vigas e no conceito de fenda equivalente (CBBM), os quais superam as dificuldades de medição de fenda durante a propagação [38], [39].

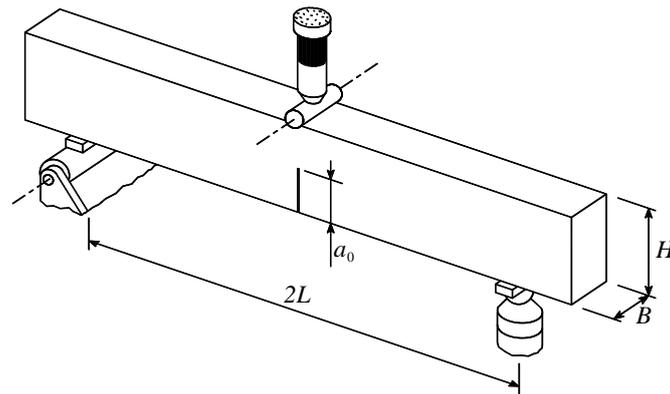


Figura 4.9- Ensaio SEN-TPB

A aplicação da teoria de vigas é condicionada pela presença da fenda, que altera o perfil de tensões de flexão localizadas na região central do provete. Uma estratégia proposta por Kienzler e Herrmann [40] consiste em considerar uma região triangular livre de tensões (SRR) na vizinhança da fenda, como se mostra na Figura 4.10.

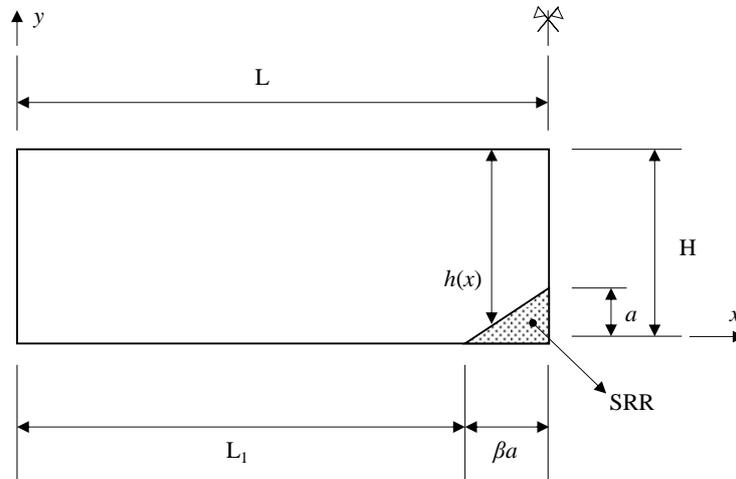


Figura 4.10- Representação do ensaio SEN-TPB e notação usada.

Nesta região, as tensões normais e de corte induzidas pela flexão tornam-se praticamente nulas. Tendo em conta este pressuposto, e considerando a notação representada na Figura 4.10, a energia de deformação elástica devido à flexão, incluindo os efeitos de corte, corresponde a,

$$U = 2 \left[\int_0^{L_1} \frac{M_f^2}{2EI} dx + \int_{L_1}^L \frac{M_f^2}{2EI_{sr}} dx + \int_0^{L_1} \int_{-H/2}^{H/2} \frac{\tau^2}{G} dy dx + \int_{L_1}^L \int_{-h(x)/2}^{h(x)/2} \frac{\tau^2}{G} dy dx \right] \quad (4.8)$$

Sendo M_f o momento fletor ($M_f = P x/2$), τ a tensão de corte, E e $G = E/2 (1 + \nu)$ os módulos de Young e de corte, respetivamente, e ν o coeficiente de Poisson. Os parâmetros I e I_{sr} representam, respetivamente, o segundo momento da área de toda a secção e da secção que apresenta uma altura $h(x)$ (i.e., junto da SRR).

De acordo com a Figura 4.10, estas quantidade são definidas da seguinte forma,

$$I = \frac{BH^3}{12}; I_{sr} = \frac{B(h(x))^3}{12} \quad (4.9)$$

Correspondendo B à largura da secção transversal do provete e

$$h(x) = H + \frac{a}{L - L_1} (L_1 - x) \quad (4.10)$$

sendo a o comprimento da fenda.

A tensão de corte pode ser calculada pela seguinte expressão,

$$\tau = \frac{3P}{4B \cdot h(x)} \left(1 - \frac{4y^2}{h^2(x)} \right) \quad (4.11)$$

sendo $h(x) = H$ para $x \leq L_1$, e dado pela equação (4.10) para $L_1 \leq x \leq L$. Se substituirmos as equações (4.9) e (4.11) na equação (4.8), e considerando o Teorema de Castigliano,

$$\delta = \frac{\partial U}{\partial P}$$

a equação resultante da flexibilidade ($C = \delta / P$) pode ser escrita da seguinte forma,

$$C = \frac{1}{EB} \left\{ \frac{2L_1^3}{H^3} + \frac{6(L-L_1)}{a} \left[\frac{L^2}{2(H-a)^2} - \frac{L_1^2}{2H^2} + \frac{L-L_1}{a} \left(\frac{L_1}{H} - \frac{L}{H-a} \right) + \left(\frac{L-L_1}{a} \right)^2 \ln \left(\frac{H}{H-a} \right) \right] + \frac{6(1+\nu)}{5} \left[\frac{L-L_1}{a} \ln \left(\frac{H}{H-a} \right) + \frac{L_1}{H} \right] \right\} \quad (4.12)$$

A presente formulação tem em consideração a eventual dispersão das propriedades elásticas do material. Isto é feito isolando o módulo de elasticidade E na expressão (4.12) (aqui designado por módulo de flexão efetivo, E_f) considerando os valores iniciais da flexibilidade C_0 e do comprimento de fenda inicial a_0 .

Como se referiu anteriormente, não é possível realizar a medição do comprimento de fenda neste material durante o ensaio de fratura. Por essa razão, faz-se uma estimativa desse comprimento – designado por comprimento de fenda equivalente (a_e em vez de a na equação (4.12)) –, a partir da flexibilidade corrente medida ao longo do ensaio, e do módulo de flexão efetivo E_f . Este procedimento está na base de um conceito equivalente da Mecânica da Fratura Linear Elástica, que é característico de materiais quase-frágeis. Isto significa que a alteração da flexibilidade é responsável por todos os fenómenos não lineares que ocorrem no material associados ao desenvolvimento da FPZ e/ou à propagação da fenda. Deste modo, é possível determinar uma relação do género $a_e = f(C)$ a partir da expressão (4.12), no sentido de avaliar o comprimento de fenda equivalente. No entanto, deve ter-se presente de que não é possível resolver essa equação analiticamente, pelo que se torna necessário aplicar um método numérico (p.e., o método de bisseção) para avaliar a_e .

Assim, considerando a equação Irwin-Kies

$$G_1 = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da}$$

a taxa de liberação de energia de fratura resulta,

$$G_1 = \frac{3P^2(L-L_1)}{E_f B^2} \left\{ \left[\frac{L^2(3a_e - H)}{2a_e^2(H-a_e)^3} + \frac{L_1^2}{2H^2a_e^2} + (L-L_1) \left(\frac{L(2H-3a_e)}{a_e^3(H-a_e)^2} - \frac{2L_1}{Ha_e^3} \right) - \frac{(L-L_1)^2}{a_e^3} \left(\frac{3}{a_e} \ln \left(\frac{H}{H-a_e} \right) - \frac{1}{H-a_e} \right) \right] + \frac{(1+\nu)}{5} \left[\frac{1}{a_e(H-a_e)} - \frac{1}{a_e^2} \ln \left(\frac{H}{H-a_e} \right) \right] \right\} \quad (4.13)$$

4.2.2.2. Validação do método de calibração da flexibilidade (CBBM)

A validação do método de calibração da flexibilidade apresentado na secção anterior fez-se com o recurso a um modelo coesivo desenvolvido por [40]. Os modelos coesivos permitem simular a iniciação e a propagação do dano (neste caso em modo I). O modelo foi adaptado no sentido de reproduzir a lei bilinear de Petersson, que é caracterizado por uma relação entre a tensão f e a abertura de fenda w (Figura 4.7). O método proposto exige apenas o deslocamento (δ) e a carga (P) de cada provete para obter a correspondente curva- R .

Nesta secção, descrever-se-á o procedimento efetuado para a obtenção das curvas- R dos oito provetes da 1ª campanha de ensaios. Como exemplo, far-se-á referência ao caso de apenas um provete (o provete H3-A).

De referir ainda que se passará a designar $G_{F\text{-experimental}}$ em vez de G_F , para indicar a energia de fratura introduzida nos modelos coesivos. Usar-se-á também $G_{F\text{-numérica}}$ para designar taxa de libertação de energia (obtida pelo método CBBM).

4.2.2.2.1. Modelo numérico

Primeiramente, realizaram-se análises numéricas pelo MEF, a duas dimensões, e no estado plano de deformação, construindo-se um modelo numérico cuja malha (Figura 4.11) é constituída por 655 elementos finitos iso-paramétricos de 8 nós (o que resultou num total de 2413 nós). Tendo em conta as condições de simetria do provete, optou-se por modelar apenas uma das metades do provete, de modo a reduzir o esforço computacional. Neste modelo numérico dispuseram-se 128 elementos coesivos de 6 nós na secção central do provete, ao

longo da direção y , correspondentes à zona de ligamento. Esta malha foi utilizada para ambas as dimensões (H3 e H2), com as respetivas adaptações dimensionais (Tabela 1.1).

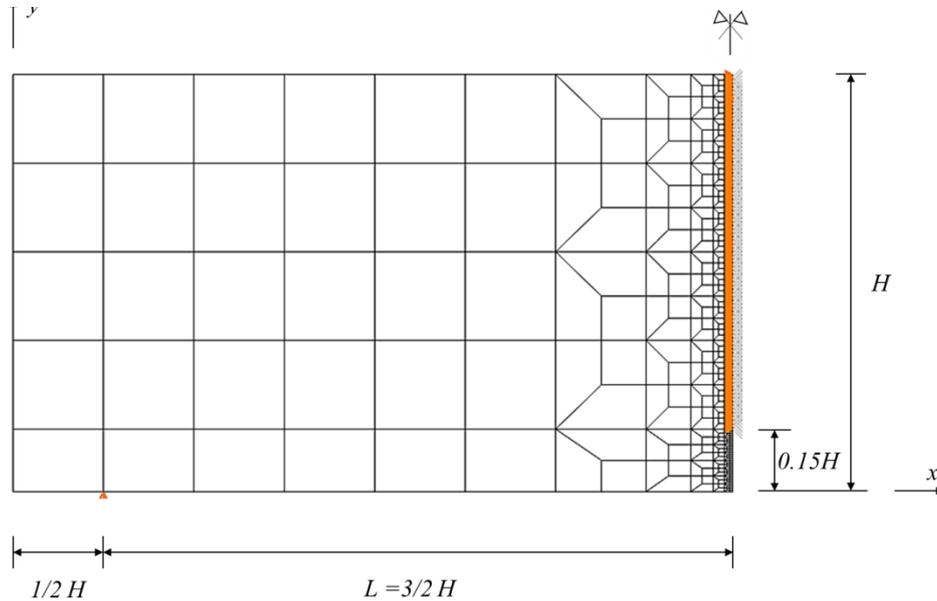


Figura 4.11- Malha de elementos finitos do ensaios SEN-TPB, destacando-se os elementos coesivos ao centro do provete e o apoio.

Como se pode observar na Figura 4.11, procedeu-se ao refinamento progressivo da malha nas regiões próximas da secção de ligamento, com o objetivo de promover uma propagação estável da fenda e, desta forma, obter resultados mais rigorosos.

As condições de fronteira impostas ao modelo numérico encontram-se em conformidade com as condições do ensaio mecânico, tendo-se prescrito uma condição de fronteira no apoio segundo y e nos nós dos elementos coesivos segundo x . Aplicou-se um deslocamento vertical (segundo y) descendente - aplicação da carga- na secção central superior.

As simulações numéricas foram realizadas apenas para os oito provetes da 1ª campanha de ensaios, tentando-se reproduzir o mais fielmente possível as curvas $P-\delta$ experimentais.

4.2.2.2.2. Curvas força-deslocamento ($P-\delta$)

O processo de obtenção de um acordo numérico-experimental satisfatório é bastante moroso. Primeiramente, é necessário identificar o módulo de elasticidade E que permite reproduzir a rigidez inicial obtida no ensaio de fratura (Tabela 3.6). Posteriormente, torna-se necessário definir uma combinação de parâmetros da lei coesiva (Figura 4.7) destinada à simulação da iniciação e da propagação do dano e aguardar pela conclusão da análise para se avaliar a curva $P-\delta$ numérica (o que correspondeu a cerca de 1 h de simulação, para este caso), comparar a curva numérica obtida com a curva experimental e, por fim, ajustar a combinação dos parâmetros coesivos e iniciar uma nova simulação. Este procedimento foi repetido até se identificar os parâmetros coesivos da lei bilinear que permitissem obter uma curva numérica capaz de reproduzir com boa concordância a curva experimental.

A título de exemplo, exhibe-se na Figura 4.12 o acordo numérico-experimental obtido para o provete H3-A, e respetivos parâmetros da lei de dano (Tabela 4.4).

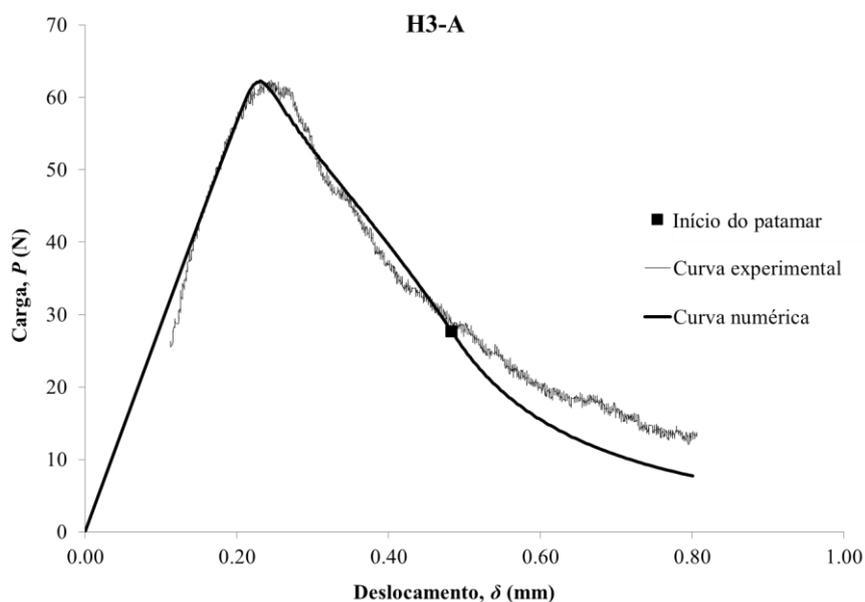


Figura 4.12- Acordo numérico-experimental conseguido para o provete H3-A.

Tabela 4.4- Parâmetros coesivos do provete H3-A.

Provete	f_t (MPa)	f_b (MPa)	w_b (mm)	$G_{F\text{-experimental}}$ (N/mm)
H3-A	0,155	0,022	0,018	0,006

Os parâmetros de caracterização da lei bilinear do dano foram a tensão máxima (f_t), a tensão no ponto de inflexão (f_b), a abertura da fenda no ponto de inflexão (w_b) e a energia de fratura coesiva ($G_{F\text{-experimental}}$). Esta combinação de parâmetros permitiu traçar a lei que se apresenta na Figura 4.13.

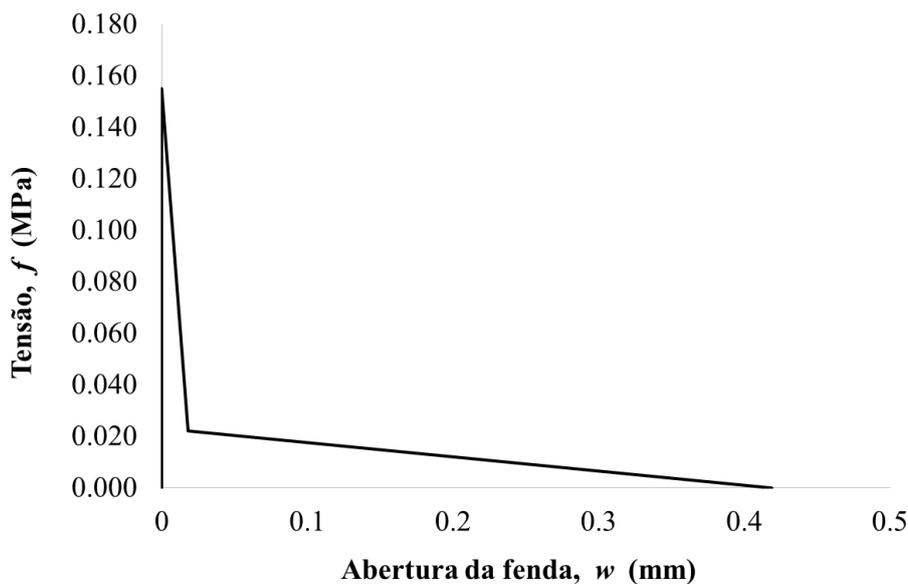


Figura 4.13- Lei bilinear do dano representativa do provete H3-A.

Este procedimento permitiu quantificar, de forma indireta, a tenacidade à fratura dos provetes de geopolímeros reforçados com fibras, em função do tempo de cura e da dimensão do provete, assim como permitiu avaliar a lei de dano em modo I deste material. No entanto, a ideia de realizar este procedimento de validação consistiu também em avaliar o valor do parâmetro β a usar na equação (4.13) para avaliar L_1 , e assim estimar a curva-R.

Mais à frente serão apresentados os acordos numérico-experimentais, e correspondentes leis de dano, de todos os provetes da 1ª campanha de ensaios.

4.2.2.2.3. Curvas- R

Uma vez aplicado o procedimento até aqui exposto, foi possível obter a curva- R , empregando-se a equação (4.13) e considerando-se uma larga gama de valores de β . Tal como se ilustra na Figura 4.10, este parâmetro (β) está intimamente relacionado com a dimensão de um dos catetos (L_1) da zona livre de tensões (SRR).

De notar que, na determinação do valor de β que permite obter a curva- R mais adequada (para cada caso), utilizaram-se os valores da curva P - δ numérica (logo, utilizou-se a informação respeitante apenas aos provetes da 1ª campanha de ensaios).

A título de exemplo, na Figura 4.14 apresentam-se as curvas- R obtidas em função de diferentes valores de β , para o provete H3-A. Observa-se que a curva- R se desenvolve de forma mais correta para $\beta=2,507$. Com efeito, verifica-se que a assíntota horizontal da curva- R , ou seja a taxa crítica de libertação de energia $G_{F\text{-numérica}}$, admite o mesmo valor que a taxa de libertação de energia previamente introduzida como um dos parâmetros coesivos (i.e., $G_{F\text{-experimental}}$) no processo de ajuste numérico-experimental das curvas P - δ ($G_{F\text{-numérica}} / G_{F\text{-experimental}} = 1$).

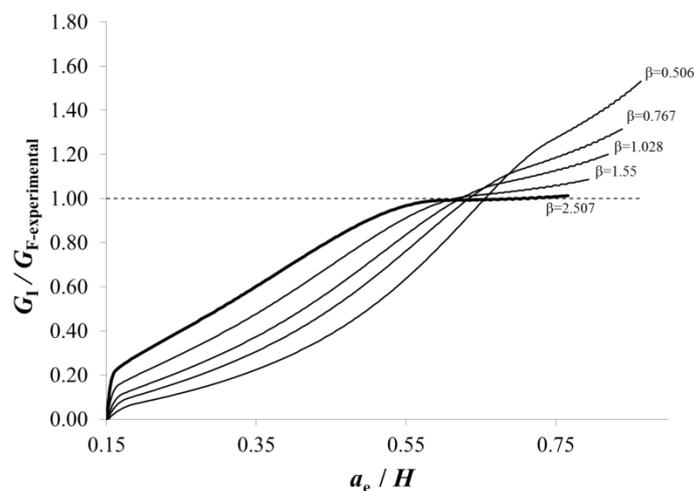


Figura 4.14- Curvas- R obtidas para vários valores de β , pelo procedimento de validação do CBBM.

No entanto, antes de se seleccionar $\beta=2,507$ para o caso que se apresenta, é necessário verificar se a condição de apoio é cumprida. Recorrendo ainda à Figura 4.10, observa-se que o β seleccionado não pode admitir qualquer valor, devido à sua relação de proporcionalidade com a SRR: o valor de β deve ser tal que a SRR não ultrapasse o apoio, ou seja,

$$a_c \times \beta \leq L \Leftrightarrow \beta \leq \frac{L}{a_c}$$

sendo a_c o comprimento de fenda (crítico) equivalente, correspondente ao início do patamar da curva- R (i.e., à taxa crítica de libertação de energia $G_{F\text{-numérica}}$).

Uma vez que para este caso $a_c = 83,28 \text{ mm}$ e, sabendo-se que para os provetes H3 $L = 210 \text{ mm}$, tem-se:

$$a_c \times \beta = 208,8 \leq 210 \text{ mm}$$

cumprindo-se assim a condição de apoio.

Desta forma, o valor de β a utilizar na caracterização à fratura deste material (para a dimensão -H3- e tempo de cura-5 dias), pelo CBBM, é de 2,507.

Este valor de β será posteriormente aplicado ao provete H3-A da 2ª campanha de ensaios, de modo a obter-se a respetiva curva- R a partir da sua curva $P\text{-}\delta$ experimental.

Este procedimento foi repetido para os restantes provetes.

Concluindo, conseguiu-se validar numericamente o CBBM para este material, uma vez que, na propagação do dano neste material, $G_{F\text{-numérica}} = G_{F\text{-experimental}}$.

CAPÍTULO V

Discussão dos resultados

Neste capítulo procede-se à análise dos resultados obtidos, relativos às propriedades da difusão e da fratura. Analisa-se igualmente o efeito da perda de massa M na taxa crítica de libertação de energia $G_{F\text{-numérica}}$.

5.1. Propriedades da difusão

A Tabela 5.1 resume os parâmetros introduzidos no código, na etapa de pré-processamento, para cada conjunto de provetes.

Tabela 5.1- Resumo dos valores introduzidos no código para cada conjunto de provetes.

Parâmetros	1ª Campanha de ensaios		2ª Campanha de ensaios		
	Conjunto H3	Conjunto H2	Conjunto H3	Conjunto H2	
Geometria (cm)	4×14×56	6×21×84	4×14×56	6×21×84	
Massa inicial m_i (g)	5037,5	16983,25	5042,2	16903,5	
Tempo de simulação t_e (s)	4665600 (54 dias)				
Propriedades de difusão	D (cm ² /s)	Vários			
	M_e (%)	9,3	5,55	8,75	6,2
	C_{sat} (g/cm ³)	0,1494	0,08907	0,1407	0,09902
Tipo de elemento finito	SOLID87				
Refinamento da malha (cm)	0,5	0,75	0,5	0,75	

Para cada conjunto, efetuaram-se simulações variando o coeficiente de difusão D . Pretende-se estimar o intervalo de valores em que o coeficiente de difusão deste material possa estar compreendido, de acordo com a sua dimensão. Para tal, selecionaram-se os valores de M_1 , M_2 , $\sqrt{t_1}$ e $\sqrt{t_2}$ experimentais que permitissem obter os valores de D mais favoráveis para cada conjunto - equação (4.5)-, independentemente das suas localizações se encontrarem na fase inicial, intermédia ou final da curva.

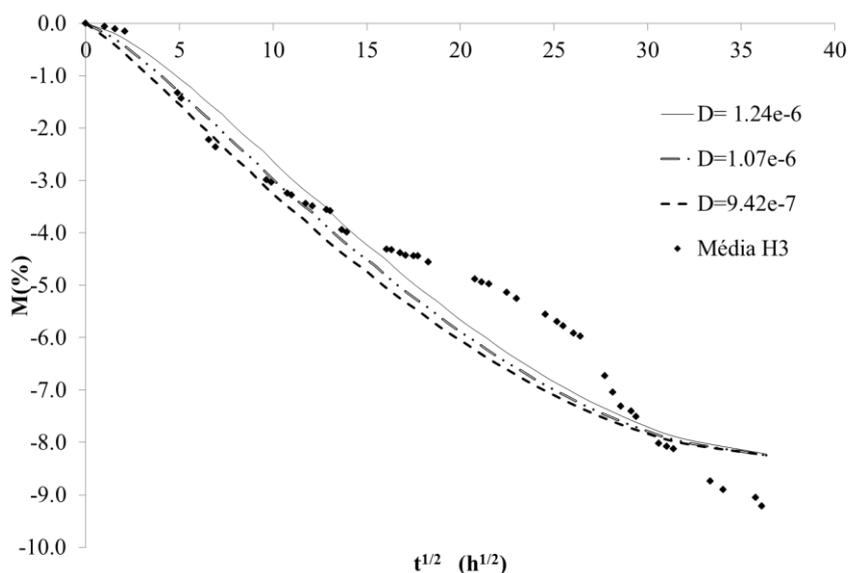


Figura 5.1- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H3 - 1ª campanha, utilizando diferentes D .

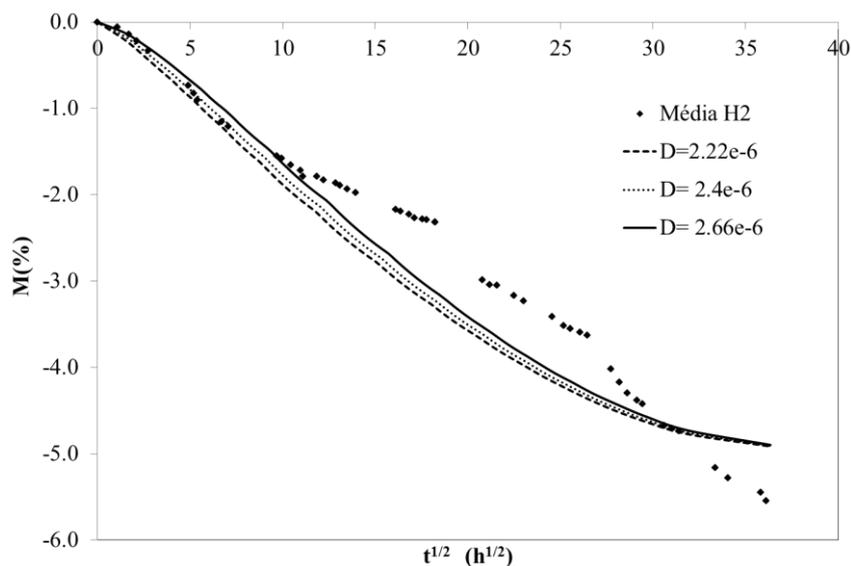


Figura 5.2- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H2 - 1ª campanha, utilizando diferentes D .

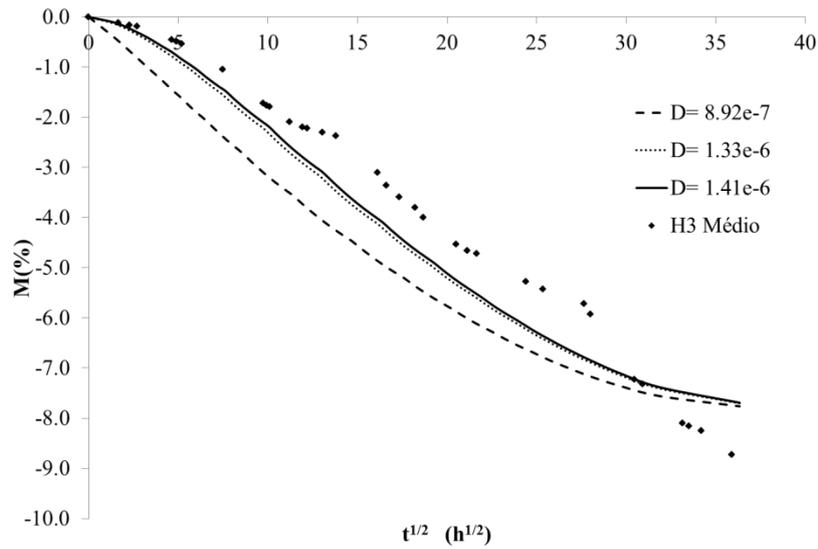


Figura 5.3- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H3 - 2ª campanha, utilizando diferentes D .

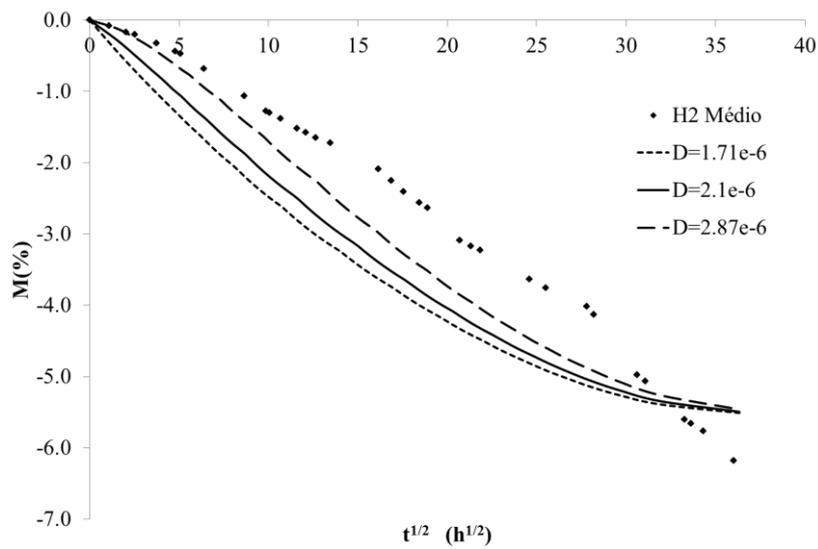


Figura 5.4- Resultados obtidos para o conjunto de provetes H2 - 2ª campanha, utilizando diferentes D .

Para circunstâncias de simulação semelhantes (relativamente a D e C_{sat} calculado com base na M_e experimental, t_e de 54 dias, refinamento e tipo de elemento finito), os valores mais adequados de D para os provetes H3 apresentam um menor valor do que para os provetes H2.

Para estas condições de simulação, e embora as curvas numéricas da 2ª campanha de ensaios não se aproximem dos valores experimentais, estima-se que o coeficiente de difusão D para os provetes H3 se encontre entre $1-2 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$ para os provetes H2 entre $2,2-4 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$.

Nota-se também que as M_e numéricas obtidas com D superiores admitem um erro ligeiramente menor, em relação à M_e experimental.

Contudo, observa-se que para todos os conjuntos, tal como o previsto e anteriormente discutido, a curva numérica representa com muito pouca exatidão a curva experimental. Os resultados obtidos para os conjuntos H2 e H3 da 1ª campanha de ensaios (Figura 5.1 e Figura 5.2) foram um pouco mais satisfatórios, pois na parte inicial a curva numérica aproxima-se da curva experimental.

Para além da instabilidade da curva experimental e não obstante o facto de que a equação (4.5) desenvolvida em [32] possa acarretar algumas limitações, presume-se que uma das principais causas da má concordância entre as curvas experimentais e numéricas se deve ao erro de M_e não desprezável. Esse erro encontra-se na ordem dos 11,5% para todos os conjuntos de provetes.

Poder-se-ia argumentar que tal erro pudesse ser minimizado através do aumento do refinamento da malha, mas como se observou no caso de estudo relativo ao grau de refinamento, mesmo para comprimentos do elemento a tender para 0 cm o erro de M_e apontaria para os 5,27%.

Daqui concluiu-se que as equações (4.5) e (4.6) para o cálculo do D e C_{sat} (ambas dependentes do M_e experimental de cada conjunto) não cumprem a “condição” de M_e numérico = M_e experimental, para $t_e = 54$ dias. Por conseguinte, evidencia-se que de facto estas não são as propriedades da difusão do material, não estando correta a suposição, para efeitos de simulações, de que ao tempo de secagem máximo (aos 54 dias) cada conjunto de provetes tivesse atingido o equilíbrio. Desconhece-se quanto mais tempo de secagem e quanta mais perda de massa seria necessária para se alcançar o equilíbrio.

Seria possível especular sobre outros valores para as propriedades M_e e t_e . No entanto tornaria a investigação muito complexa e ineficaz devido à infinidade de hipóteses existentes.

Na figura seguinte apresentam-se algumas tentativas de especulação, obtidas através da variação das propriedades M_e , t_e e D .

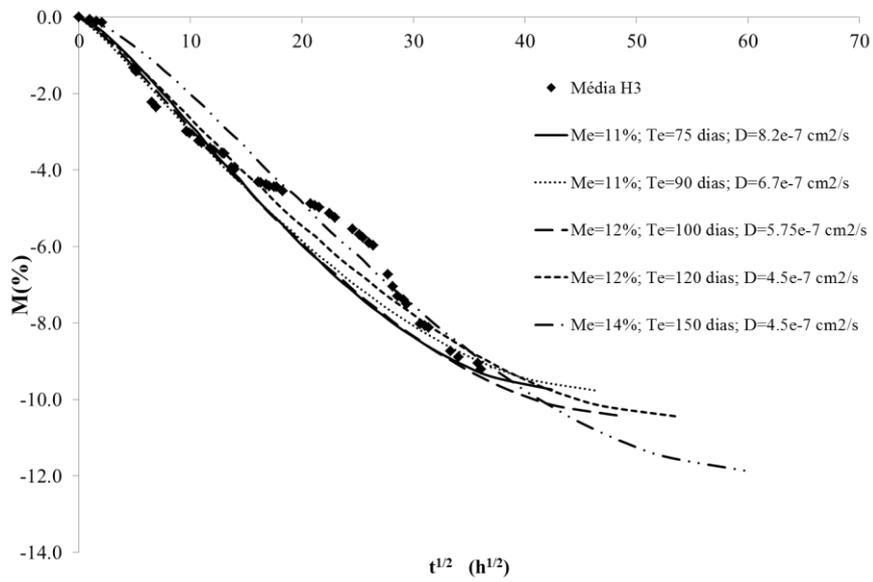


Figura 5.5- Exemplos de curvas numéricas, para diferentes M_e , t_e e D .

5.2. Propriedades da fratura

5.2.1. Curvas $P-\delta$

A Figura 5.6 e a Figura 5.7 apresentam todos os acordos numérico-experimentais obtidos para as curvas $P-\delta$ obtidas nos ensaios de fratura.

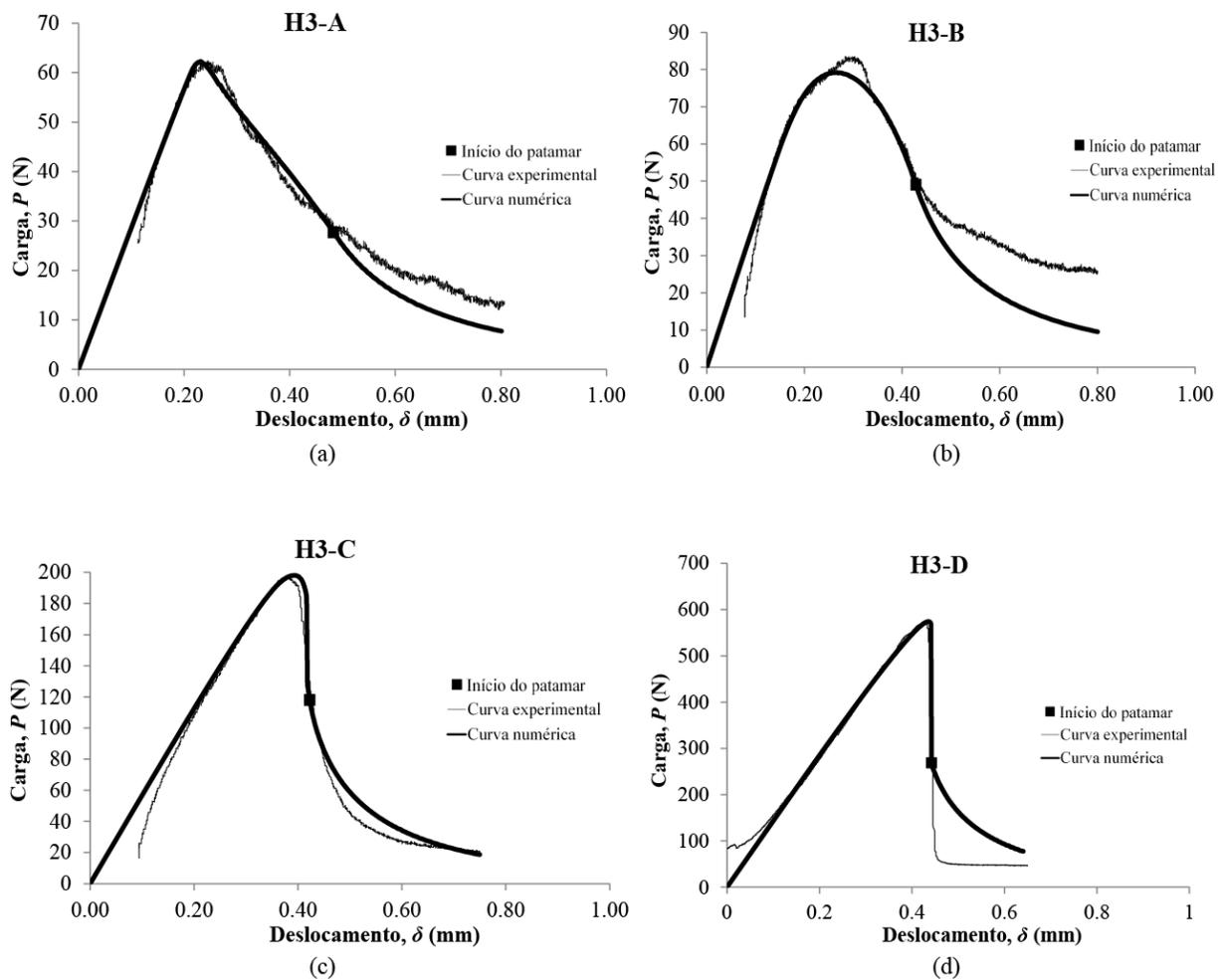


Figura 5.6- Acordos numérico-experimentais obtidos para os provetes H3: (a)-A; (b)-B; (c)-C; (d)-D.

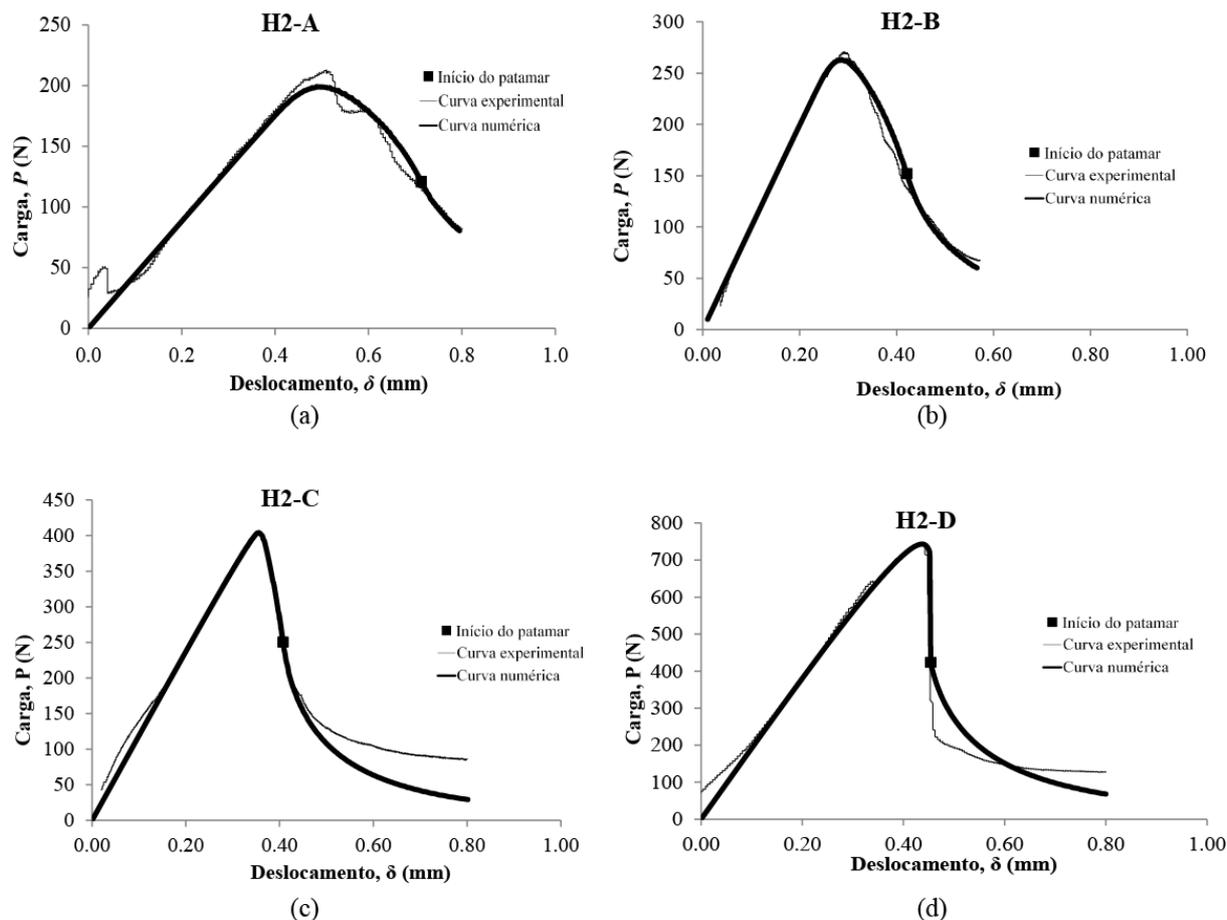


Figura 5.7- Acordos numérico-experimentais obtidos para os provetes H2: (a)-A; (b)-B; (c)-C; (d)-D.

Salvo algumas não conformidades que as curvas experimentais apresentam, considera-se que foram obtidos acordos numéricos capazes de reproduzir adequadamente as curvas experimentais. Nas curvas P - δ está assinalado o início do patamar da curva- R . Observa-se que, em todos os casos, o início do patamar da curva- R , ocorreu após a carga máxima, P_u , o que vai de encontro ao que foi referido no subcapítulo 4.2.1.

Na Tabela 5.2, apresentam-se os valores da razão entre carga correspondente ao início do patamar e a carga máxima (P_{patamar}/P_u).

Observa-se que essa razão admite valores na mesma ordem de grandeza para todos os provetes (entre 0,56 e 0,61), dispersando apenas nos provetes H3-A e H3-D.

Tabela 5.2- Razão entre $P_{patamar}$ e P_u , para os provetes da 1ª campanha de ensaios.

Provete	$P_{patamar} / P_u$			
	A	B	C	D
H3	0,4438	0,5873	0,5967	0,4681
H2	0,5673	0,5611	0,6172	0,5670

A Tabela 5.3 sistematiza os valores dos parâmetros da lei bilinear do dano correspondentes aos acordos numéricos previamente descritos, e respectivos gráficos (Figura 5.8 e Figura 5.9).

Tabela 5.3- Parâmetros coesivos para os diferentes provetes da 1ª campanha de ensaios.

Provete	f_t	f_b	w_b	$G_{F-experimental}$
	(MPa)	(MPa)	(mm)	(N/mm)
H3-A	0,155	0,022	0,018	0,006
H3-B	0,16	0,044	0,011	0,008
H3-C	0,25	0,100	0,056	0,015
H3-D	0,76	0,093	0,0895	0,04
H2-A	0,275	0,040	0,025	0,0125
H2-B	0,37	0,050	0,015	0,010
H2-C	0,33	0,052	0,043	0,013
H2-D	0,37	0,130	0,088	0,026

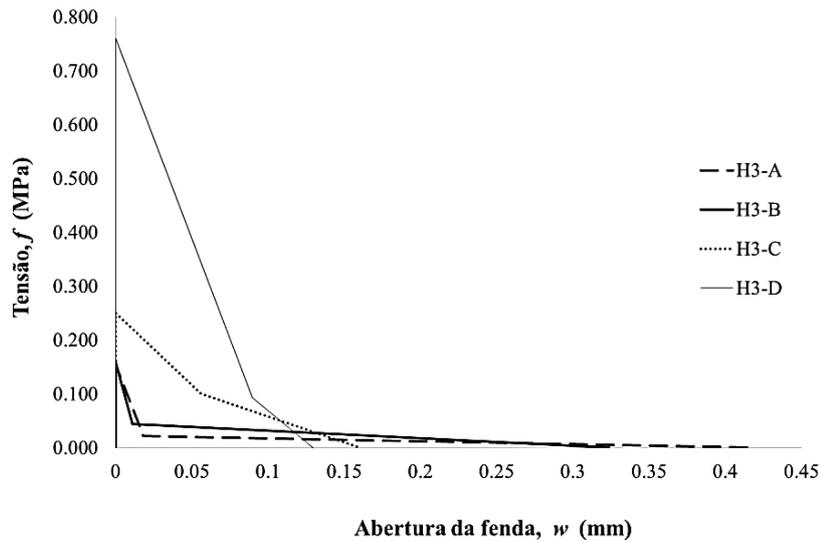


Figura 5.8- Leis bilineares do dano para os provetes H3.

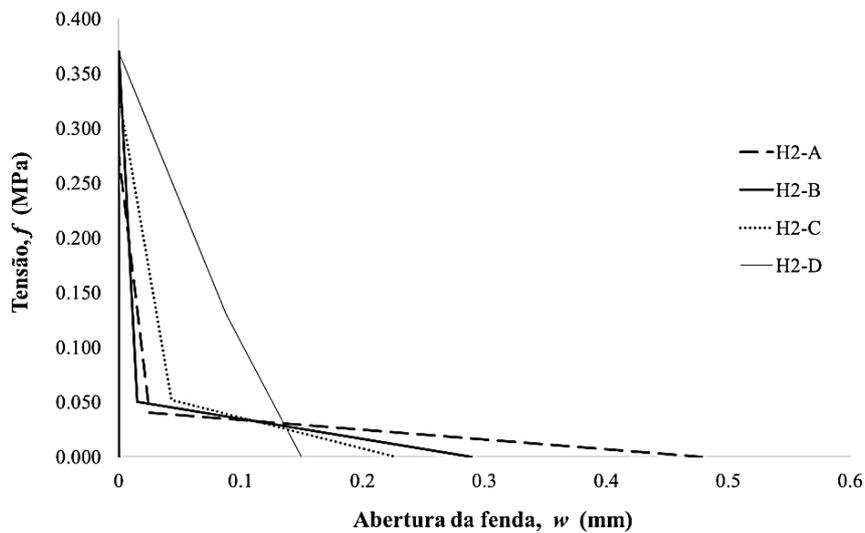


Figura 5.9- Leis bilineares do dano para os provetes H2.

Com o aumento do tempo de cura observa-se uma redução da “cauda”, isto é, da abertura de fenda crítica w_c , e um aumento da energia de fratura coesiva $G_{F\text{-numérica}}$ (fornecida pela área da lei bilinear). Isto significa que, para os provetes de idades (tempos de cura) superiores, a fenda propagou-se para menores aberturas da fenda (w_c) e maiores tenacidades à fratura. Esta constatação resulta também do facto de que a resistência local (f_t) também aumentou.

Tendo presente a Figura 4.7, constata-se que com o aumento do tempo de cura também se altera a contribuição das parcelas da energia de fratura coesiva ($G_{F\text{-experimental}} - G_{f\mu}$), devido à micro-fissuração, e G_{fb} , devido ao fenómeno de ponte de fibras. Recorrendo-se às parcelas da expressão (4.7), determinou-se a contribuição de cada um desses fenómenos tal como se apresenta na Tabela 5.4.

Tabela 5.4- Contribuição percentual dos fenómenos de amaciamento para a $G_{F\text{-experimental}}$.

Provete	Tempo de cura (dias)	$G_{f\mu}$		G_{fb}		$G_{F\text{-experimental}}$ (N/mm)
		(N/mm)	(%)	(N/mm)	(%)	
H3-A	5	0,0014	23,25	0,0046	76,75	0,0060
H3-B	8	0,0009	11,00	0,0071	89,00	0,0080
H3-C	14	0,0070	46,67	0,0080	53,33	0,0150
H3-D	54	0,0340	84,96	0,0060	15,04	0,0400
H2-A	5	0,0034	27,50	0,0091	72,50	0,0125
H2-B	8	0,0028	27,75	0,0072	72,25	0,0100
H2-C	14	0,0071	54,58	0,0059	45,42	0,0130
H2-D	54	0,0163	62,62	0,0097	37,38	0,0260

Pode observar-se que em ambas as dimensões, para os menores tempos de cura (i.e., provetes A e B) a parcela dominante é a correspondente a G_{fb} , cujos valores são superiores a 70% do respetivo valor de $G_{F\text{-experimental}}$. No entanto, à medida que o tempo de cura aumenta, a contribuição da energia associada ao fenómeno de ponte de fibras para a $G_{F\text{-experimental}}$ diminui - e, conseqüentemente, a contribuição da microfissuração aumenta -, atingindo-se aproximadamente o equilíbrio das influências destes fenómenos aos 14 dias de cura. Para tempos de cura superiores, os papéis invertem-se, e o efeito da microfissuração aos 54 dias de cura é mais expressivo, correspondendo a 85% e 63% do valor de $G_{F\text{-experimental}}$ dos provetes H3 e H2, respetivamente. Isto demonstra que o fenómeno que ofereceu maior resistência à propagação da fenda (uma vez que requeria uma maior energia dissipada) foi o de ponte de

fibras nos estágios iniciais de cura, e a micro-fissuração nos estágios de cura mais prolongados.

De observar também que cada par de provetes com o mesmo tempo de cura (por exemplo, H3-A e H2-A) apresenta valores próximos de w_c . No que se refere à energia de fratura $G_{F\text{-experimental}}$, não se observa a mesma tendência. Os provetes que apresentam um maior valor de $G_{F\text{-experimental}}$ são os H2 (A e B) para os tempos de cura de 5 e 8 dias e, por outro lado, os H3 (C e D) para os tempos de cura de 14 e 54 dias.

Em relação à tensão correspondente ao início do dano ($f = f_t$), verifica-se que nos provetes H3 há um aumento gradual de f_t com o tempo de cura, o que não se verifica nos provetes H2, devido à proximidade dos valores de f_t para todos os provetes com esta dimensão.

5.2.2. Curvas- R da 1ª campanha de ensaios

Na Tabela 5.5 apresentam-se os valores de β , abertura de fenda crítica a_c , o comprimento da condição de apoio, a taxa de libertação crítica de energia $G_{F\text{-numérica}}$ e o erro desta em relação a $G_{F\text{-experimental}}$.

Tendo em conta a configuração do ensaio SEN-TPB para esta dissertação, a taxa crítica de libertação de energia $G_{F\text{-numérica}}$ máxima foi obtida, em cada dimensão, no maior tempo de cura, e correspondeu, quantitativamente, a 0,034 N/mm para os provetes H3 e 0,0223 N/mm para os provetes H2.

No entanto, observa-se que a relação $G_{F\text{-numérica}} = G_{F\text{-experimental}}$ não foi alcançada para a maior parte dos casos, tendo o erro associado aumentado à medida que o tempo de cura também aumentou. Apenas para os provetes H3-A e H3-B se obteve resultados com boa uma proximidade a esta relação.

Como já foi referido anteriormente no contexto dos parâmetros coesivos da lei de dano, para cada tempo de cura, os provetes que apresentaram um maior valor de tenacidade à fratura ($G_{F\text{-experimental}}$) foram os provetes da série H2 (A e B), para os tempos de cura de 5 e 8 dias, e

os provetes da série H3 (C e D), para os tempos de cura de 14 e 54 dias, tendo sido observado o mesmo no que diz respeito a $G_{F\text{-numérica}}$.

Tabela 5.5- Tabela resumo dos resultados obtidos para os provetes da 1ª campanha de ensaios.

Provete	β	$G_{F\text{-numérica}}$ (N/mm)	$\frac{G_{F\text{-numérica}}}{G_{F\text{-experimental}}}$	Erro (%)	a_c (mm)	$\beta \times a_c$	Cumprimento de condição de apoio?
H3-A	2,507	0,00597	0,9950	0,50	83,28	208,78	Sim
H3-B	2,913	0,00779	0,9738	2,63	71,69	208,82	Sim
H3-C	1,869	0,0129	0,8600	14,00	55,14	103,06	Sim
H3-D	1,869	0,034	0,8500	15,00	64,36	120,29	Sim
H2-A	2,275	0,0119	0,9154	8,46	98,63	224,39	Sim
H2-B	2,101	0,00909	0,9090	9,1	102,98	216,37	Sim
H2-C	1,869	0,0113	0,8692	13,08	85,90	160,55	Sim
H2-D	1,869	0,0223	0,8577	14,23	91,44	170,91	Sim

Os valores de β que permitiram obter a melhor representação da curva- R são diferentes para os tempos de cura de 5 e 8 dias em todos os provetes (embora que da mesma ordem de grandeza). No entanto, para os tempos de cura superiores (14 e 54 dias), todos os provetes são caracterizados pelo mesmo valor de β (i.e., 1,869).

Verifica-se também que a condição de apoio foi cumprida para todos os provetes H3 ($L = 210$ mm) e H2 ($L = 315$ mm).

Quanto ao comprimento de fenda crítico equivalente normalizado pela altura do provete (i.e., a_c / H), obteve-se valores muito similares para os pares de provetes H3 e H2- C e D.

Na Figura 5.10 e na Figura 5.11 apresentam-se as curvas- R normalizadas ($G_I / G_{F\text{-experimental}}$) obtidas (usando o CBBM) para todos os provetes da 1ª campanha de

ensaios, juntamente com a evolução da extensão da zona coesiva l_{CZ} normalizada pelo comprimento da secção de ligamento do provete (i.e., $0,85H$), ambas em função do comprimento de fenda equivalente relativo (a_e/H). Foi aplicada a mesma escala a todos os gráficos.

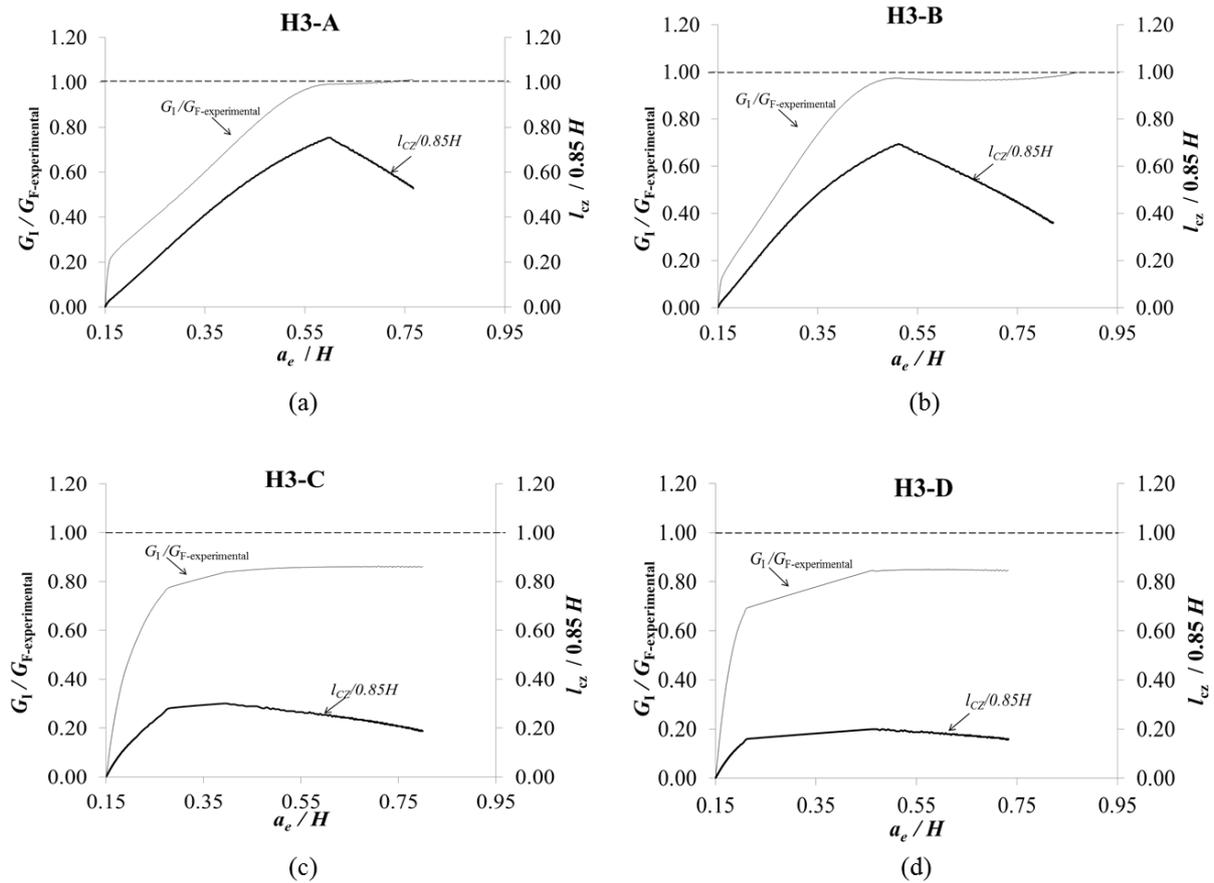


Figura 5.10- Curvas-R e extensão da zona coesiva normalizada para os provetes H3 da 1ª campanha de ensaios.

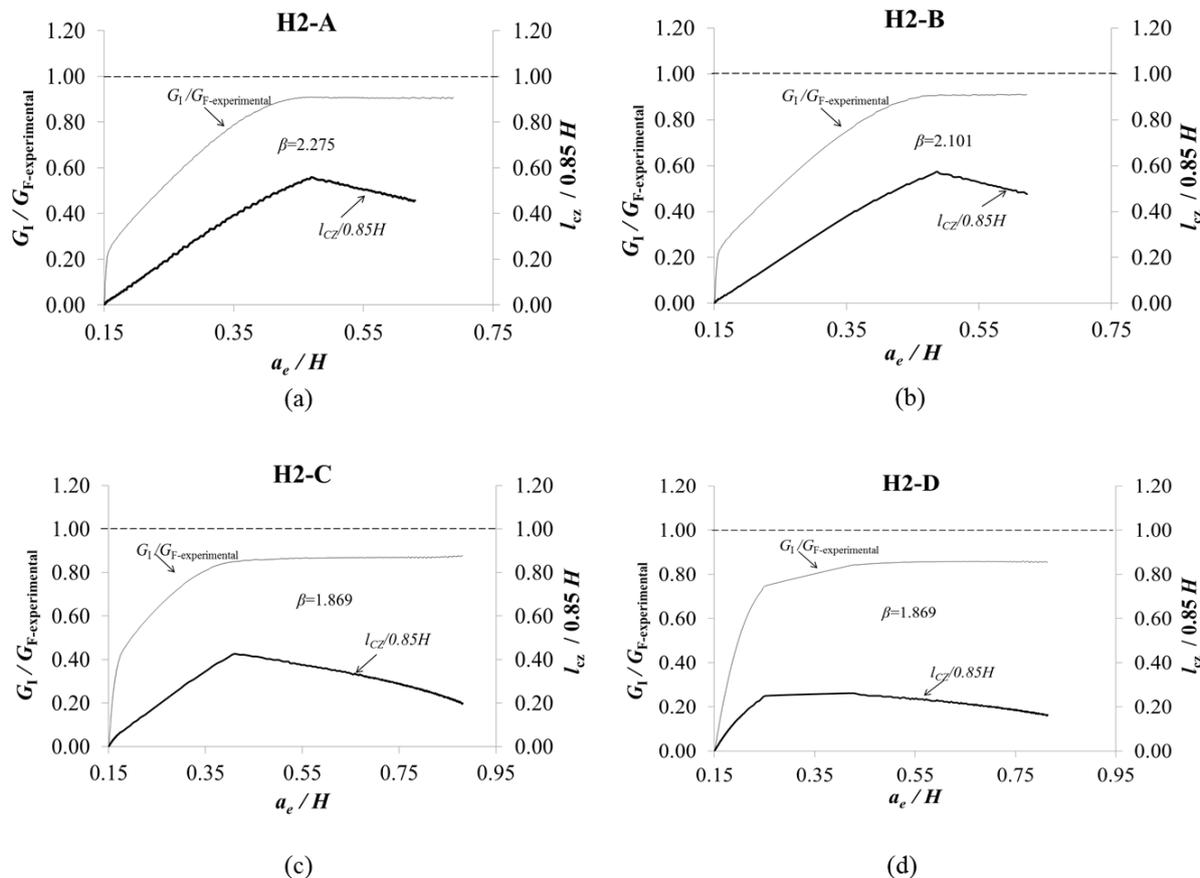


Figura 5.11- Curvas-R e extensão da zona coesiva normalizada para os provetes H2 da 1ª campanha de ensaios.

Embora as curvas-R atinjam um *plateau*, este não corresponde, na maioria dos casos, ao valor de $G_{F\text{-experimental}}$ introduzido previamente, tal como já foi mencionado.

Observa-se a redução gradual da zona coesiva com o tempo de cura, acompanhada com a redução do seu declive pós-pico (Figura 5.10 e Figura 5.11).

Na Figura 5.12 é bem notória a redução da extensão da zona coesiva com o tempo de cura, em ambas as dimensões de provetes ensaiados (com a exceção do provete H2-B, com 8 dias de cura), sendo a mesma mais expressiva para os provetes H3 entre os tempos de cura de 8 e 14 dias. Repare-se que o máximo valor de $l_{cz}/0,85H$ obtido corresponde a H3-A (para o qual $G_{F\text{-numérica}} = G_{F\text{-experimental}}$), cujo valor é de 0,75, ou seja, a extensão da zona coesiva estendeu-se a 75% da secção de ligamento.

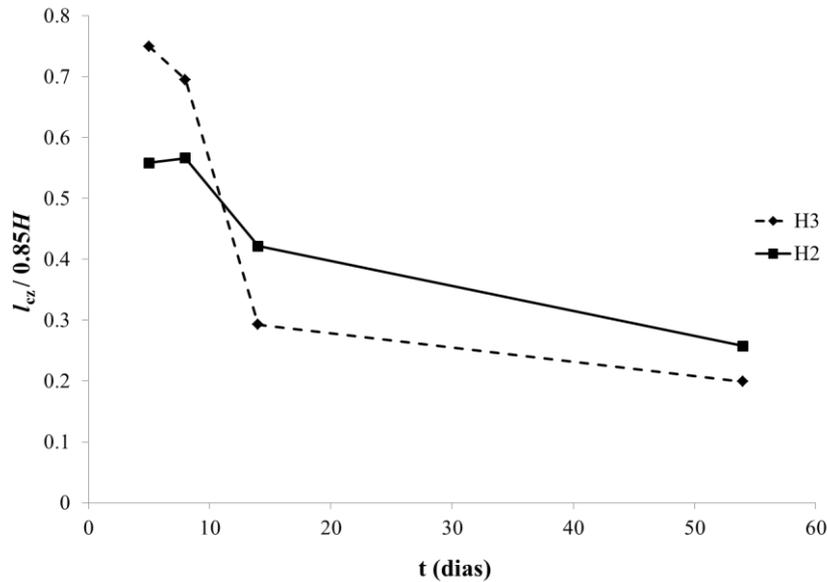


Figura 5.12- Variação da extensão da zona coesiva para os provetes H3 e H2, com o tempo de cura.

Comparando os valores de $l_{CZ} / 0,85H$ obtidos para H3 e H2, verifica-se que para os tempos de cura de 5 e 8 dias os provetes de dimensão H3 apresentam os maiores valores (e H2 os menores), invertendo-se essa ordem nos restantes tempos de cura. Recorde-se que foram obtidas menores $G_{F\text{-numérica}}$ nos provetes H3, para 5 e 8 dias de cura, e nos provetes H2, para 14 e 54 dias de cura, levantando-se a hipótese de maiores extensões da zona coesiva, l_{CZ} , corresponderem a menores valores de $G_{F\text{-numérica}}$.

Nos gráficos da Figura 5.13 e da Figura 5.14 observa-se igualmente uma relação inversa, na mesma proporção mas com as respetivas escalas, entre a variação do erro $G_{F\text{-numérica}} / G_{F\text{-experimental}}$ e a variação de $l_{CZ\text{-máx}} / 0,85H$, com o tempo. O erro entre $G_{F\text{-numérica}}$ e $G_{F\text{-experimental}}$ aumentou à medida que $l_{CZ\text{-máx}}$ diminuiu. Seria necessário mais investigação para verificar se esta relação inversa se mantém para outros casos de estudo ou se este consiste num caso único.

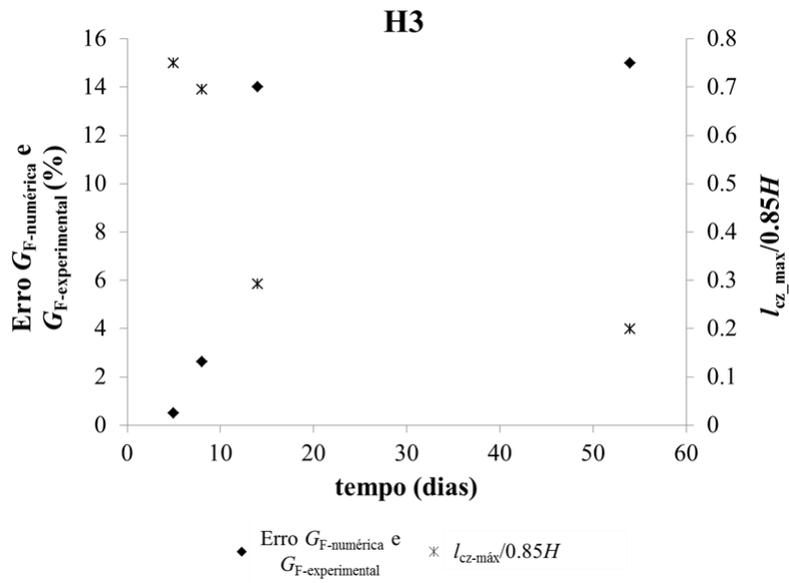


Figura 5.13- Variação do erro $G_{F\text{-numérica}}/G_{F\text{-experimental}}$ e da $l_{CZ\text{-máx}}/0,85H$ com o tempo de cura, para os provetes H3.

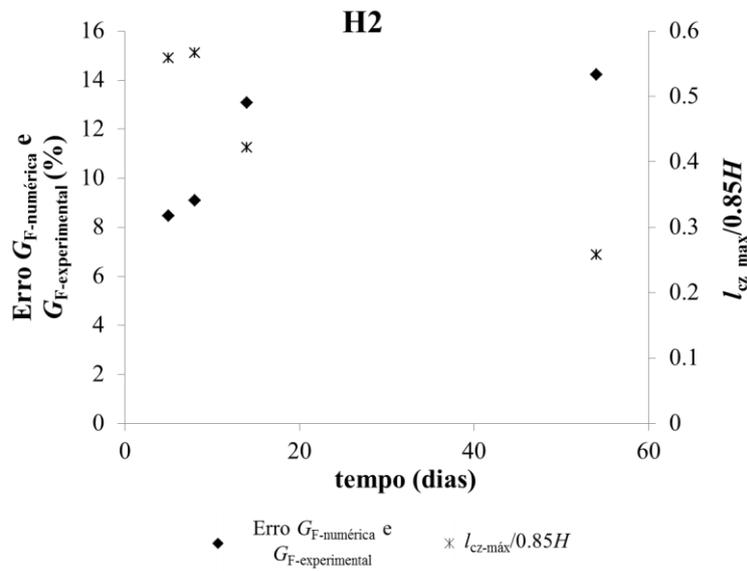


Figura 5.14- Variação do erro $G_{F\text{-numérica}}/G_{F\text{-experimental}}$ e da $l_{CZ\text{-máx}}/0,85H$ com o tempo de cura, para os provetes H2.

5.2.3. Curvas-*R* da 2ª campanha de ensaios

Nesta secção apresentam-se as curvas-*R* obtidas pelo CBBM, utilizando-se os valores das curvas *P-δ* experimentais da 2ª campanha de ensaios. A cada provete, aplicou-se o devido valor de β anteriormente determinado. A Tabela 5.6 resume os resultados obtidos neste estudo.

Tabela 5.6- Resumo dos resultados obtidos para os provetes da 2ª campanha de ensaios.

Provete	β	$G_{F\text{-numérica}}$ (N/mm)	Erro $G_{F\text{-numérica}}$ entre 1ª e 2ª campanha (%)	a_c (mm)	$\beta \times a_c$	Cumpre condição de apoio?	$P_{\text{patamar}} / P_{\text{máx}}$
H3-A	2,507	0,0118	98,30	48,04	120,44	Sim	0,6339
H3-B	2,913	0,0129	65,36	48,13	140,21	Sim	0,7877
H3-C	1,869	0,0109	15,50	59	110,27	Sim	0,5404
H3-D	1,869	0,032	5,88	50,55	94,48	Sim	0,6223
H2-A	2,275	0,0073	38,51	115,41	262,55	Sim	0,5224
H2-B	2,101	-	-	-	-	-	-
H2-C	1,869	0,0104	8,40	82,61	154,40	Sim	0,6316
H2-D	1,869	0,0245	10,06	75,95	141,96	Sim	0,6063

A Tabela 5.6 permite avaliar a discrepância entre os valores da $G_{F\text{-numérica}}$ da 1ª e da 2ª campanha de ensaios para a mesma categoria de provetes, a qual é bastante significativa nos provetes A e B de ambas as dimensões (em particular, no provete H3-A, cujo erro é de quase 100%). Para os tempos de cura de 14 e 54 dias (provetes C e D, respetivamente), essa discrepância é mais aceitável.

A tendência de aumento de $G_{F\text{-numérica}}$ com o tempo de cura verifica-se nos provetes H2, mas não é tão notória nos provetes H3-A, B e C. Os valores de $G_{F\text{-numérica}}$ obtidos são superiores nos provetes H3.

Verifica-se o cumprimento da condição de apoio para os valores de β introduzidos e para os correspondentes comprimentos de fenda críticos equivalentes a_c obtidos.

Em relação ao início do patamar, o mesmo foi também atingido depois da carga máxima. Os valores da razão P_{patamar} / P_u apresentados na Tabela 5.6 são, em geral, próximos dos obtidos para os provetes da 1ª campanha de ensaios.

A Figura 5.15 e a Figura 5.16 exibem as curvas- R da 2ª campanha de ensaios. Observa-se a dispersão destas curvas, face às curvas da 1ª campanha de ensaios. Tal era expectável pois utilizaram-se os dados experimentais e não os dados numéricos. No entanto, com exceção do provete H2-A, constata-se que os valores de β determinados para os provetes da 1ª campanha de ensaios adequam-se (também) a estes provetes da 2ª campanha, uma vez que está bem evidenciado o comportamento típico de uma curva- R , em particular o patamar horizontal, seu característico.

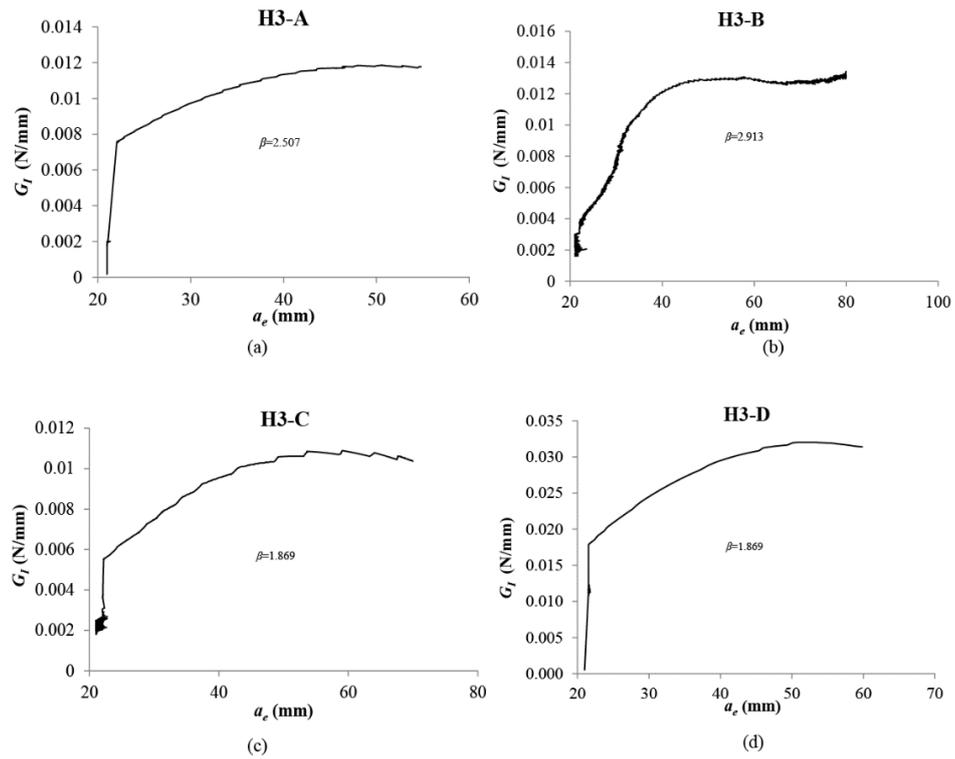


Figura 5.15- Curvas-R obtidas para os provetes H3 da 2ª campanha de ensaios.

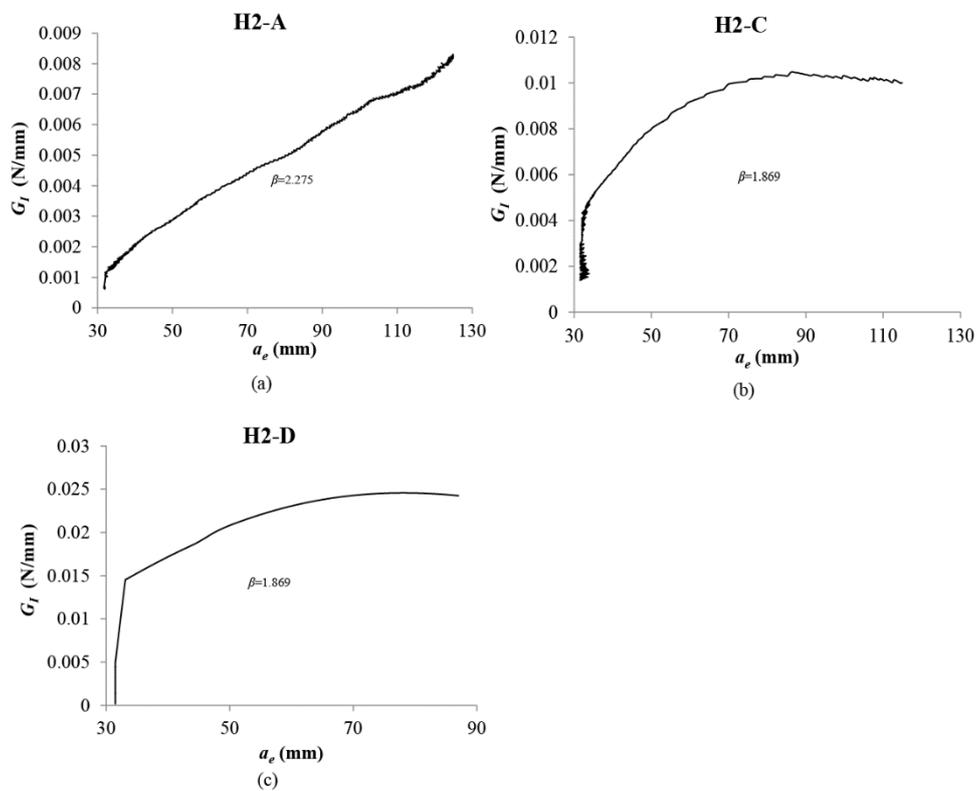


Figura 5.16- Curvas-R obtidas para os provetes H2 da 2ª campanha de ensaios.

5.3. Perda de massa M vs G_F -numérica

As seguintes imagens exibem, a título de exemplo, a distribuição da humidade na secção transversal central dos provetes, para os tempos de secagem de 1, 5, 8, 14 e 54 dias, obtidas numa das simulações em ANSYS.

Relembre-se que foram realizados ensaios de fratura aos 5, 8, 14 e 54 dias.

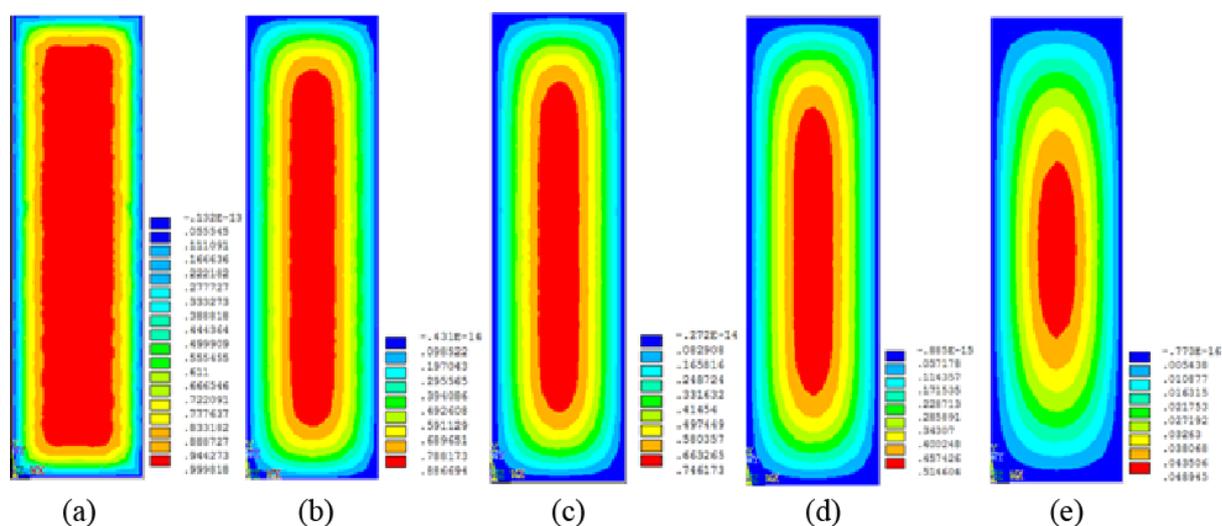


Figura 5.17- Distribuição da humidade no centro dos provetes com tempo de cura de (dias): (a)- 1; (b)-5; (c)-8; (d)-14; (e)-54.

Pode-se observar que nas horas iniciais de secagem, o elevado gradiente de concentração provocado pelas condições desidratantes de secagem (em relação à condição saturada dos provetes), provocou um elevado movimento da humidade na região mais externa do provete. À medida que o tempo foi passando o teor máximo de humidade no interior do provete (representado a vermelho) foi diminuindo em distribuição espacial e em valor.

Na região central do provete é onde se observam os maiores teores de humidade, uma vez que é a zona mais afastada das condições desidratantes de secagem, e logo, o gradiente que promove a difusão da humidade é retardado.

Nas figuras que se seguem, apresentam-se os gráficos da variação da taxa de libertação crítica de energia G_{ic} em função da perda de massa M . Embora se observem alguns valores

irregulares, verifica-se que há uma tendência linear de aumento da $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para ambas as dimensões. Pelo declive das retas apresentadas, observa-se que os provetes de menores dimensões (H3) apresentam uma maior taxa de crescimento da $G_{F\text{-numérica}}$ com M .

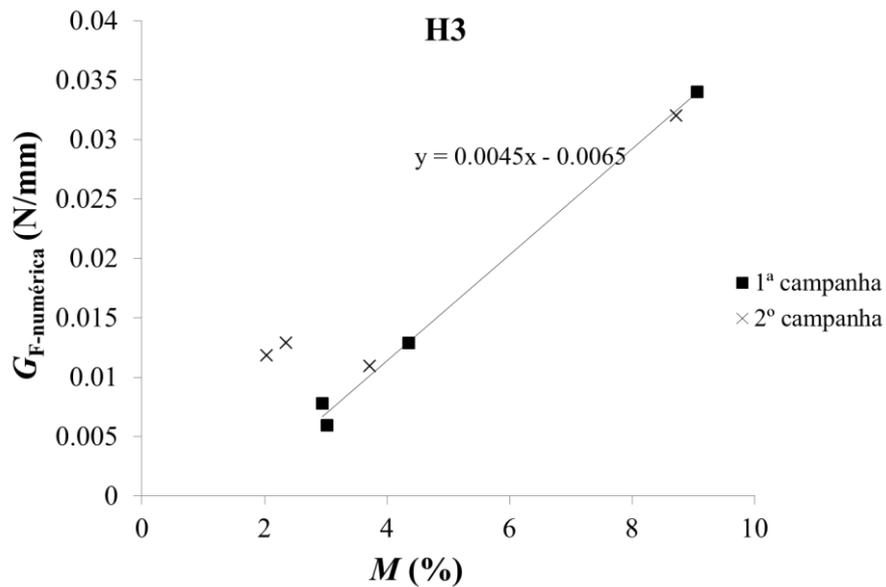


Figura 5.18- Variação de $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para todos os provetes H3.

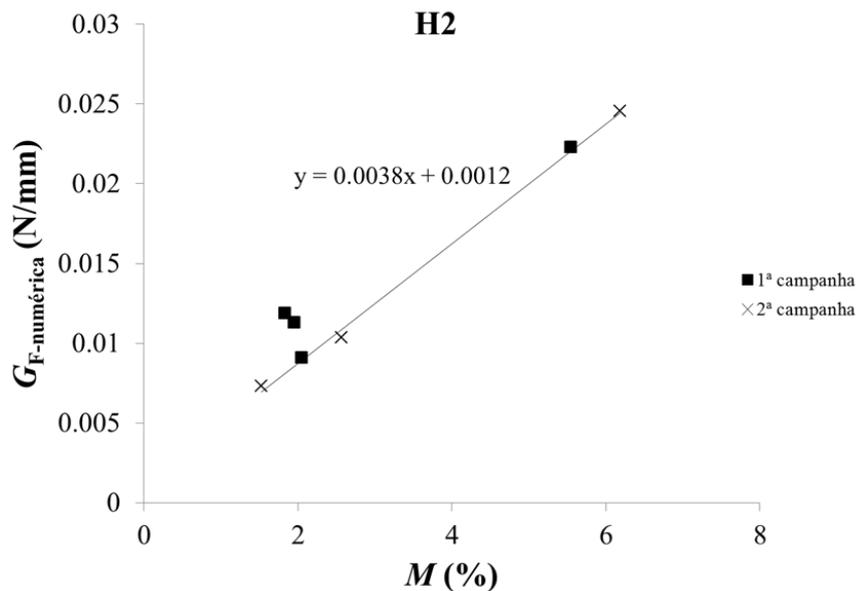


Figura 5.19- Variação de $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para todos os provetes H2.

No seguinte gráfico juntaram-se os valores de $G_{F\text{-numérica}}$ e correspondentes M de todos os provetes H3 e H2, observando-se igualmente uma tendência linear.

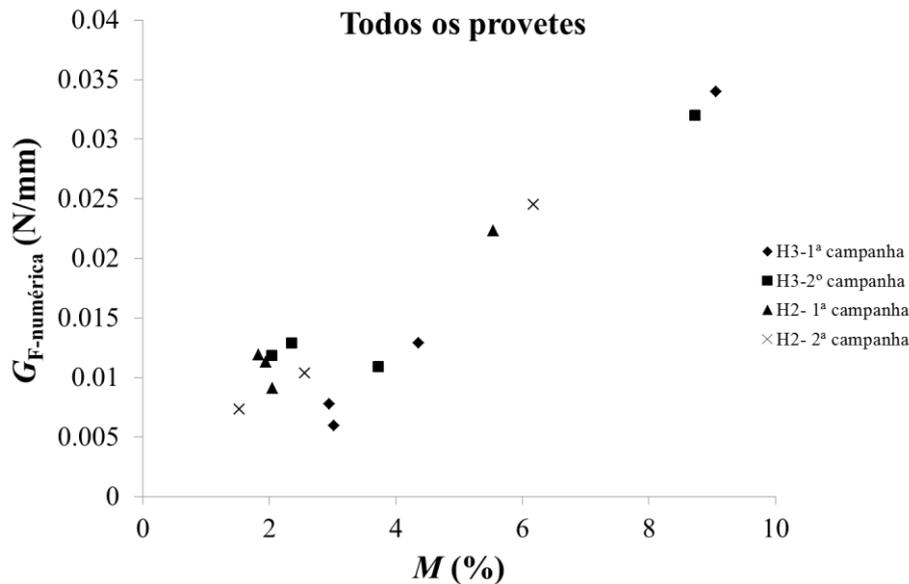


Figura 5.20- Variação de $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa, para todos os provetes.

Contudo, desconhece-se qual o valor máximo da $G_{F\text{-numérica}}$ que estes provetes atingiriam. Pretendia-se determinar para que valores de perda de massa M os provetes admitiriam os valores máximos da $G_{F\text{-numérica}}$, em particular, se existe alguma relação entre $G_{F\text{-numérica}}$ máxima atingida e a perda de massa no equilíbrio (M_e). Não foi possível analisar tal relação, pois não foi atingido o equilíbrio da perda de massa nos 54 dias de cura às condições ambiente.

CAPÍTULO VI

Conclusões

Na presente dissertação realizou-se um estudo numérico-experimental para averiguar a influência da perda de massa (humidade) nas propriedades de difusão e de fratura de uma categoria de geopolímeros reforçados com fibras, utilizando-se duas dimensões de provetes.

No que diz respeito à difusão, a cura dos provetes foi realizada em condições instáveis do laboratório e durante um intervalo de tempo insuficiente para se atingir o equilíbrio. Estas circunstâncias impossibilitaram a obtenção de resultados experimentais capazes de serem reproduzidos numericamente com credibilidade e a determinação de algumas propriedades necessárias no código numérico. Logo, não foi possível determinar as propriedades de difusão do geopolímero nem efetuar a validação da metodologia numérica.

No entanto, verificou-se a influência das condições ambiente variáveis, do tamanho dos provetes e das correntes de convecção do laboratório, na perda de massa dos provetes.

Como resultado das condições do ar estarem em constante mudança, a sua capacidade em absorver humidade também variou, influenciando assim o gradiente de difusão de humidade nos provetes e, conseqüentemente, a sua perda de massa.

Verificou-se que, para o mesmo tempo de secagem, os provetes de maiores dimensões admitiram uma menor perda de massa, devido ao menor movimento da humidade no interior do provete. Concluiu-se igualmente que provetes com as dimensões usadas não são adequados para o estudo da difusão, uma vez que necessitam de um longo período de secagem para se atingir o equilíbrio (neste caso superior a 54 dias, às condições ambiente).

As correntes de convecção do laboratório influenciaram ligeiramente a perda de massa dos provetes, constatando-se que aqueles que estavam expostos às mais fortes correntes de convecção exibiram uma (ligeiramente) maior perda de massa, para o mesmo tempo de secagem.

Mesmo não se dispondo de resultados experimentais reproduzíveis, realizaram-se simulações numéricas em ANSYS, pelo MEF, estabelecendo-se uma analogia entre a Lei de Fick e a Lei de Fourier. Realizou-se também um estudo ao tipo de elemento e ao grau de refinamento que permitiriam obter melhores resultados, evidenciando-se que estes parâmetros têm uma influência significativa na exatidão dos valores numéricos obtidos. Observou-se que à medida que se aumentava o grau de refinamento, se obtinham melhores resultados numéricos, mas também se aumentava ao número de EF do modelo e, por conseguinte, ao tempo de simulação. Face à qualidade dos resultados experimentais, não se considerou justificável, para este caso, um grau de refinamento muito elevado.

No que se refere à fratura, foram realizados ensaios SEN-TPB em provetes com teores de humidade diferentes, com o objetivo principal de se determinar a evolução da taxa crítica de libertação de energia $G_{F\text{-numérica}}$. Aplicou-se a lei de dano bilinear de Petersson na componente numérica, de modo a identificar a combinação dos parâmetros dessa lei (f_t , f_b , w_b e $G_{F\text{-numérica}}$) que permitia reproduzir com bom acordo as curvas força-deslocamento (curvas P - δ) obtidas experimentalmente no ensaio SEN-TPB.

Pelas curvas P - δ verificou-se que a resistência (P_u), a rigidez inicial à flexão (R_i) e o módulo de elasticidade (E) aumentaram com o tempo de cura. Verificou-se o efeito de escala nestas propriedades, uma vez os seus valores se apresentaram superiores para os provetes de maiores dimensões. No entanto, para provetes com as mesmas características (dimensão e tempo de cura) mas de campanhas de ensaios diferentes, obtiveram-se diferentes curvas P - δ (e respetivas propriedades), o que pode ser justificado pelas diferentes condições de cura da 1ª e da 2ª campanha de ensaios, mas também por fatores inerentes à preparação do ensaio SEN-TPB.

Constatou-se o efeito das fibras nos geopolímeros, o qual se manifestou no pós-pico da curva P - δ : o material passou a dissipar uma energia adicional no regime pós-pico, sem atingir a rotura de forma instável, admitindo assim um comportamento quase-frágil. Contudo, observou-se um comportamento tendencialmente mais frágil à medida que o tempo de cura aumentava.

Através das curvas P - δ obtidas nas simulações numéricas, que reproduziram com boa concordância as curvas experimentais, identificaram-se os parâmetros coesivos. Observou-se uma diminuição da abertura de fenda crítica w_c e um aumento da energia de fratura coesiva

$G_{F\text{-experimental}}$ com o tempo de cura. Também se constatou que o fenómeno que ofereceu maior resistência à propagação da fenda se alterou com o tempo de cura: para os menores tempos de cura foi a ponte de fibras, enquanto que para os maiores tempos de cura, a micro-fissuração.

As curvas- R obtidas através do método CBBM mostraram-se aceitáveis, evidenciando-se o seu *plateau* referente à taxa crítica de libertação de energia $G_{F\text{-numérica}}$. No entanto, não se conseguiu obter a igualdade $G_{F\text{-numérica}} = G_{F\text{-experimental}}$, para a maioria dos casos, como se pretendia, tendo o erro associado aumentado à medida que o tempo de cura também aumentava. Averiguou-se igualmente uma relação inversa entre a variação do erro $G_{F\text{-numérica}} / G_{F\text{-experimental}}$ e a variação da $l_{CZ\text{-máx}}$, com o tempo de cura, para os provetes H3 e H2.

Observou-se uma dispersão significativa entre os valores de $G_{F\text{-numérica}}$ para provetes com as mesmas características da 1ª e da 2ª campanha de ensaios, a qual se foi atenuando com o tempo de cura.

Constatou-se uma tendência para os provetes de menores dimensões apresentarem valores superiores de $G_{F\text{-numérica}}$, para um determinado tempo de cura. Especula-se que tal possa estar relacionado com o “estado mais avançado” de perda de humidade dos provetes de menores dimensões.

A extensão da zona coesiva diminuiu gradualmente com o tempo de cura. Verificou-se que o início do patamar da curva- R ocorreu após a carga máxima P_u , sendo que a razão P_{patamar} / P_u aponta para a mesma ordem de valores na generalidade dos provetes (entre 0,56 e 0,63).

No que se refere ao objetivo principal da presente dissertação, verificou-se que houve uma tendência linear de aumento da $G_{F\text{-numérica}}$ com a perda de massa M para ambas as dimensões. A taxa de crescimento da $G_{F\text{-numérica}}$ com M apresentou-se ligeiramente superior para os provetes de menores dimensões. No entanto, não foi possível identificar para que valores de M se atinge a $G_{F\text{-numérica}}$ máxima e se a mesma está relacionada com M_e .

Por fim, com este trabalho também se observou a evolução da temperatura, constatando-se que os provetes de maiores dimensões admitiram temperaturas ligeiramente superiores, referentes à maior quantidade de energia gerada na sua produção.

Este trabalho também permitiu a criação de um procedimento experimental para a produção de provetes geopoliméricos e realização dos ensaios.

Como complemento a esta dissertação, propõe-se realização da cura dos geopolímeros em condições de temperatura e *HR* controladas. Seria interessante estudar as propriedades de difusão para a cura às condições ambiente (controladas) e para outras condições de temperatura e *HR*. Sugere-se igualmente efetuar a cura durante tempo suficiente até se atingir o equilíbrio.

Também se apresenta apelativo realizar um estudo numérico para a determinação da geração de calor na produção dos geopolímeros e identificação das suas propriedades térmicas, utilizando-se para tal os dados da evolução da temperatura já recolhidos.

Referências

- [1] A. Islam, U. J. Alengaram, M. Z. Jumaat, and I. I. Bashar, “The development of compressive strength of ground granulated blast furnace slag-palm oil fuel ash-fly ash based geopolymer mortar,” *Mater. Des.*, vol. 56, pp. 833–841, Apr. 2014.
- [2] J. Xie and O. Kayali, “Effect of initial water content and curing moisture conditions on the development of fly ash-based geopolymers in heat and ambient temperature,” *Constr. Build. Mater.*, pp. 1–9, Dec. 2013.
- [3] S. V. A. Silva, J. N. J. K. Arachchi, C. L. Wijewardena, and S. M. A. Nanayakkara, “Development of Fly Ash Based Geopolymer Concrete.”
- [4] G. Görhan and G. Kürklü, “The influence of the NaOH solution on the properties of the fly ash-based geopolymer mortar cured at different temperatures,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 58, pp. 371–377, Mar. 2014.
- [5] Z. Zhang, J. L. Provis, A. Reid, and H. Wang, “Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 56, pp. 113–127, Apr. 2014.
- [6] T. Alomayri, H. Assaedi, F. U. a. Shaikh, and I. M. Low, “Effect of water absorption on the mechanical properties of cotton fabric-reinforced geopolymer composites,” *J. Asian Ceram. Soc.*, Jun. 2014.
- [7] J. Temuujin, R. P. Williams, and a. van Riessen, “Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 12–13, pp. 5276–5280, Jul. 2009.
- [8] S. Kumar and R. Kumar, “Mechanical activation of fly ash: Effect on reaction, structure and properties of resulting geopolymer,” *Ceram. Int.*, vol. 37, no. 2, pp. 533–541, Mar. 2011.
- [9] B. Nematollahi and J. Sanjayan, “Effect of different superplasticizers and activator combinations on workability and strength of fly ash based geopolymer,” *Mater. Des.*, vol. 57, pp. 667–672, May 2014.
- [10] D. R. S, R. Abraham, N. Ganesan, and D. Sasi, “Fracture Properties of Fibre Reinforced Geopolymer Concrete,” *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 4, no. 5, pp. 75–80, 2013.
- [11] N. Cristelo, S. Glendinning, T. Miranda, D. Oliveira, and R. Silva, “Soil stabilisation using alkaline activation of fly ash for self compacting rammed earth construction,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 36, pp. 727–735, Nov. 2012.
- [12] J. G. . van Jaarsveld, J. S. . van Deventer, and G. . Lukey, “The effect of composition and temperature on the properties of fly ash- and kaolinite-based geopolymers,” *Chem. Eng. J.*, vol. 89, no. 1–3, pp. 63–73, Oct. 2002.

- [13] “Citation : Sarker , Prabir K . and Ramgolam , Karamchand V . 2012 . Fracture energy of geopolymer concrete , in Bager , D . H . and Silfwerbrand , J . (ed), Proceedings of the FIB Symposium : Concrete Structures for Sustainable Community , Jun 11-14 201,” 2012.
- [14] M. Dias, “Utilização de fibras de polipropileno na melhoria do comportamento de solos coesivos.,” Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro, 2013.
- [15] F. Škvára, T. Jílek, and L. Kopecký, “Geopolymer materials based on fly ash,” *Ceramics*, vol. 49, no. 3, pp. 195–204, 2005.
- [16] T. Bakharev, “Geopolymeric materials prepared using Class F fly ash and elevated temperature curing,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 6, pp. 1224–1232, Jun. 2005.
- [17] T. Bakharev, “Thermal behaviour of geopolymers prepared using class F fly ash and elevated temperature curing,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 6, pp. 1134–1147, Jun. 2006.
- [18] E. Arioz, O. Arioz, and O. M. Kockar, “Leaching of F-type fly Ash Based Geopolymers,” *Procedia Eng.*, vol. 42, no. August, pp. 1114–1120, Jan. 2012.
- [19] G. Kovalchuk, a. Fernández-Jiménez, and a. Palomo, “Alkali-activated fly ash: Effect of thermal curing conditions on mechanical and microstructural development – Part II,” *Fuel*, vol. 86, no. 3, pp. 315–322, Feb. 2007.
- [20] L. J. Parrott, “Moisture conditioning and transport properties of concrete test specimens,” *Mater. Struct.*, vol. 27, pp. 460–468, 1994.
- [21] “RILEM TECHNICAL COMMITTEES RILEM TC 116-PCD: Permeability of Concrete as a Criterion of its Durability. Recommendations,” 1999.
- [22] J. Šelih and T. Bremner, “Drying of saturated lightweight concrete : an experimental investigation,” *Mater. Struct.*, vol. 29, pp. 401–405, 1996.
- [23] B. Zhang, “Effects of moisture evaporation (weight loss) on fracture properties of high performance concrete subjected to high temperatures,” *Fire Saf. J.*, vol. 46, no. 8, pp. 543–549, 2011.
- [24] Z. Zhao, S. Hee, and S. P. Shah, “Effect of specimen size on fracture energy and softening curve of concrete : Part I . Experiments and fracture energy,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 38, pp. 1049–1060, 2008.
- [25] L. J. Malvar and G. E. Warren, “Fracture Energy for Three-Point-Bend Tests on Single-Edge-Notched Beams,” *Exp. Mech.*, pp. 266–272, 1988.
- [26] I. Yurtdas, N. Burlion, J. Shao, and A. Li, “Evolution of the mechanical behaviour of a high performance self-compacting concrete under drying,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 33, pp. 380–388, 2011.

-
- [27] N. Burlion, F. Bourgeois, and J. F. Shao, “Coupling Damage – Drying shrinkage: experimental study and modelling.” pp. 315–339.
- [28] N. Burlion, F. Bourgeois, and J.-F. Shao, “Effects of desiccation on mechanical behaviour of concrete,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 27, no. 3, pp. 367–379, Mar. 2005.
- [29] A. Hillerborg, “Concrete fracture energy tests performed by 9 laboratories according to a draft RILEM recommendation; report to RILEM TC50-FMC,” 1983.
- [30] J. R. Welty, C. E. Wicks, R. E. Wilson, and G. L. Rorrer, *Fundamentals of Momentum, Heat and Mass Transfer*. 2008.
- [31] J. Crank, “THE MATHEMATICS OF DIFFUSION,” 1975.
- [32] C.-H. Shen and G. S. Springer, “Moisture Absorption and Desorption of Composite Materials,” *Compos. Mater.*, pp. 2–20, 1975.
- [33] J. Planas, M. Elices, and J. G, “The cohesive zone model : advantages , limitations and challenges,” vol. 69, 2002.
- [34] N. Dourado, S. Morel, M. F. S. F. de Moura, G. Valentin, and J. Morais, “Comparison of fracture properties of two wood species through cohesive crack simulations,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, pp. 415–427, 2008.
- [35] P.-E. Petersson, “Crack growth and development of fracture zones in plain concrete and similar materials,” 1981.
- [36] L. E. . Ferreira, T. . Bittencourt, J. L. A. . Sousa, and R. Gettu, “R-curve behavior in notched beam tests of rocks,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 69, no. 17, pp. 1845–1852, Nov. 2002.
- [37] N. Dourado, “R-Curve behaviour and size effect of a quasibrittle material: Wood,” Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro and Université Bordeaux I, 2008.
- [38] N. Dourado, M. F. S. F. de Moura, and J. Morais, “A numerical study on the SEN-TPB test applied to mode I wood fracture characterization,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 48, no. 2, pp. 234–242, Jan. 2011.
- [39] M. F. S. F. de Moura, N. Dourado, and J. Morais, “Crack equivalent based method applied to wood fracture characterization using the single edge notched-three point bending test,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 77, no. 3, pp. 510–520, Feb. 2010.
- [40] R. Kienzler and G. Herrmann, “An elementary theory of defective beams,” *Acta Mech.*, vol. 62, no. 1–4, pp. 37–46, 1986.

