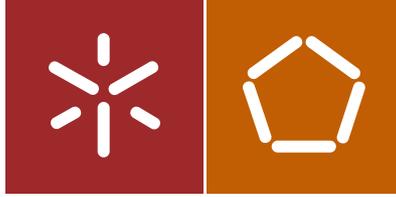




Universidade do Minho
Escola de Engenharia

José Ricardo Sousa Lopes

Método inovador para a monitorização in-situ
do endurecimento de materiais cimentícios
com base na caracterização do comportamento
dinâmico



Universidade do Minho
Escola de Engenharia

José Ricardo Sousa Lopes

Método inovador para a monitorização in-situ
do endurecimento de materiais cimentícios
com base na caracterização do comportamento
dinâmico

Dissertação de Mestrado
Ciclo de Estudos Integrados Conducentes ao
Grau de Mestre em Engenharia Civil

Trabalho efetuado sob a orientação de
Professor Doutor Miguel Ângelo dias Azenha
Professor Doutor José Luís Ferreira de Silva Ramos
Doutor José Luís Duarte Granja

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar expresso o meu sincero agradecimento aos orientadores desta dissertação Professor Miguel Azenha, Professor Luís Ramos e ao investigador José Granja, pela orientação, disponibilidade e incentivo indispensáveis à realização deste trabalho.

Agradeço ao Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho pelas facilidades concedidas na utilização do equipamento necessário à realização dos ensaios efetuados no seu laboratório. Um especial obrigado aos investigadores Loic Hilliou e Paulo Teixeira pela partilha de conhecimento e pela ajuda preciosa na concretização dos ensaios.

A todos os técnicos do Laboratório Professor Júlio Barreiros Martins do Departamento de Engenharia Civil da Universidade do Minho manifesto a minha gratidão por estarem sempre disponíveis a ajudar.

Agradeço a todos os meus amigos, por o terem sido.

Apresento um agradecimento especial à minha família por toda a confiança e apoio incondicionais.

Agradeço por fim a todos que de uma forma ou de outra, contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

O conhecimento das propriedades reológicas do betão é de extrema importância no contexto da execução de estruturas de betão, em particular nas fases de betonagem. A trabalhabilidade do betão é fortemente influenciada pelo comportamento reológico da pasta de cimento que o constitui e influencia decisivamente parâmetros como a facilidade de colocação em obra, bem como a própria qualidade do betão produzido.

Em face da importância da temática e duma solicitação no âmbito de um trabalho de consultoria, a equipa de investigação da Universidade do Minho criou recentemente um novo método para estudo do betão no estado fresco. O método baseia-se na monitorização contínua da frequência de ressonância de uma barra parcialmente embebida no betão. A evolução dessa frequência é significativa ao longo das primeiras horas de cura e permite, portanto, avaliar a evolução da rigidez do material no estado fresco. Apesar dos resultados promissores apresentados pelo primeiro protótipo foram identificados vários aspetos relevantes a melhorar.

Nesta dissertação pretendeu-se melhorar os aspetos menos positivos identificados no protótipo inicial e enquadrar os resultados obtidos recorrendo a técnicas experimentais já estabelecidas. Para facilitar os processos de ensaio e para que o número de experiências fosse maximizado os vários ensaios foram realizados em pastas de cimento.

Com o intuito de cumprir os objetivos acima descritos foi desenvolvido um novo molde de ensaio e realizado um programa experimental que permitiu avaliar a evolução das características mecânicas de uma pasta de cimento com uma razão água ligante de 0.45 em peso desde o estado fresco. A campanha experimental compreendeu a realização de ensaios de Vicat, ensaios reométricos e o método EMM-ARM. Os ensaios realizados permitiram concluir que a nova metodologia é sensível a evoluções da rigidez da pasta de cimento em instantes anteriores aos tempos de presa definidos com a agulha de Vicat. Com os ensaios reométricos foi possível confirmar que a evolução da rigidez da pasta ocorre desde o fim da mistura com cinética semelhante à observada com o método proposto. O novo método revelou-se mais apto do que o EMM-ARM para detetar evoluções da rigidez para períodos anteriores ao tempo de presa final e pouco apto para períodos em que a pasta apresenta uma rigidez elevada.

ABSTRACT

Knowledge about the rheological properties of concrete is of utmost importance in regard to the execution of concrete structures, particularly during casting stages. The workability of concrete is strongly influenced by the rheological behaviour of the cement paste that it contains, and it is a fundamentally important aspect for the ease of concrete placement, as well as the quality of concrete itself.

In view of such acknowledged importance, and taking into account a challenge posed by a consultancy work, the team at the University of Minho has recently developed a new method for the study of concrete at its fresh state. The method is based on the continuous monitoring of the resonant frequency of a bar that is partially embedded into concrete. The evolution of such frequency is significant during the first hours, and it allows inferring quantitative information related to the stiffness of concrete before setting. In spite of the promising results obtained with the first prototype of this method, several necessities of improvement have been identified.

This dissertation intended to improve the less positive aspects that have been identified in the initial prototype and compare the results that can be obtained with those that arise from well-established experimental techniques. In order to facilitate experimental aspects, the experiments of this dissertation have been applied to cement pastes, rather than concrete.

In order to attain the above mentioned objectives, a new testing mould has been devised and applied in experiments with a cement paste with $w/c=0.45$. Parallel tests have been conducted with the Vicat needle, a rheometer and the EMM-ARM. The conducted tests allowed concluding that the new methodology is quite sensitive to the evolution of stiffness of cement paste at instants before the setting time (Vicat needle). The rheometer tests allowed confirming that the stiffness evolution is actually occurring continuously since the instant of placement with a similar kinetics to the one observed in the proposed method. Furthermore, the new method has shown better performance than EMM-ARM in quantitative identification of stiffness evolution before setting.

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS	III
RESUMO	V
ABSTRACT	VII
ÍNDICE.....	IX
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XI
ÍNDICE DE TABELAS.....	XV
CAPÍTULO I.....	1
1. INTRODUÇÃO	1
1.1. <i>Enquadramento e objetivos da dissertação</i>	1
1.1. <i>Organização da dissertação</i>	2
CAPÍTULO II.....	5
2. CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS COMENTÍCIOS NO ESTADO FRESCO	5
2.1. <i>Reologia</i>	5
2.2. <i>Fluidos newtonianos</i>	5
2.3. <i>Fluidos não-newtonianos</i>	9
2.3.1. <i>Tixotropia</i>	12
2.4. <i>Reómetros rotacionais</i>	13
2.5. <i>Reologia de pasta de cimento</i>	15
2.5.1. <i>Curva de escoamento</i>	15
2.5.2. <i>Ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude</i>	17
2.6. <i>Técnicas complementares utilizadas na dissertação</i>	21
2.6.1. <i>Ensaio de Vicat</i>	21
2.6.2. <i>EMM-ARM</i>	22
CAPÍTULO III.....	27
3. PROGRAMA EXPERIMENTAL PARA CARACTERIZAÇÃO DE PASTAS DE CIMENTO DESDE O ESTADO FRESCO	27
3.1. <i>Materiais</i>	27
3.2. <i>Preparação das amostras</i>	28
3.2.1. <i>Equipamento</i>	29
3.2.2. <i>Processo de mistura</i>	29
3.3. <i>Ensaio de Vicat</i>	31

Método inovador para a monitorização in-situ do endurecimento de materiais cimentícios com base na caracterização do comportamento dinâmico

3.4.	<i>Ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude</i>	31
3.4.1.	Equipamento e procedimentos.....	32
3.4.2.	Resultados dos varrimentos em deformação e frequência	35
3.4.3.	Resultados e discussão	37
3.1.	<i>Ensaio EMM-ARM</i>	38
3.1.1.	Equipamento e procedimentos.....	38
3.1.2.	Resultados e discussão	40
CAPÍTULO IV		43
4.	PROPOSTA DE UMA NOVA METODOLOGIA DE ENSAIO	43
4.1.	<i>Enquadramento</i>	43
4.2.	<i>Ensaios preliminares</i>	45
4.2.1.	Configuração de ensaio e metodologia.....	46
4.2.2.	Resultados e discussão	48
4.3.	<i>Refinamento do sistema de ensaio</i>	49
4.3.1.	Descrição e metodologia.....	50
4.3.2.	Resultados e discussão	55
4.3.3.	Ensaio em vazio	57
4.4.	<i>Análise integrada de resultados</i>	59
4.4.1.	Comparação com os resultados do ensaio de Vicat.....	60
4.4.2.	Comparação com o ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude	60
4.4.3.	Comparação com o método EMM-ARM	61
CAPÍTULO V		65
5.	CONCLUSÕES	65
5.1.	<i>Conclusões gerais</i>	65
5.2.	<i>Desenvolvimentos futuros</i>	66
BIBLIOGRAFIA		69

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Deformação de um prisma elementar por uma força tangencial (Adaptado de Moreira, 2003).....	6
Figura 2 – Escoamento de um fluido laminar (Roussel, 2012).....	6
Figura 3 – Distribuição de velocidades de um fluido laminar (Adaptado de Camões, 2005)....	7
Figura 4 – Leis de Hooke e Newton.....	7
Figura 5 – Viscosidade relativa de uma suspensão de esferas uniformes num líquido newtoniano em função da compacidade (Adaptado de Roussel (2012)).....	9
Figura 6 – Relações gradiente de velocidade – tensão de corte (Ferraris, 1999).....	11
Figura 7 – Diferentes comportamentos reológicos (Moreira, 2003).....	12
Figura 8 – Comportamento típico de um material tixotrópico (Adaptado de Barnes e Barnes, (1997)).....	13
Figura 9 – Geometrias standard: a) pratos paralelos; b) cone e prato; c) cilindros coaxiais. (Coussot, 2005).....	14
Figura 10 – Curva de histerese (Moreira, 2003).....	15
Figura 11 – Procedimento para obtenção da curva de escoamento pela aplicação de gradientes de velocidade por patamares (Han, 2014).	16
Figura 12 – Curva de escoamento de uma pasta de cimento Portland (Sun et al., 2006)	17
Figura 13 – Deformação oscilatória aplicada (γ) e tensão resultante (τ) para um sólido e líquido ideal. O δ representa o ângulo de fase para um líquido ideal. (Adaptado de Schultz e Struble (1993)).....	19
Figura 14 – (a) G' e G'' durante um varrimento em deformação numa suspensão coloidal densa; (b) G' e G'' durante um varrimento em frequência para a mesma suspensão no domínio elástico (adaptado de Derec et al., 2003).....	20
Figura 15 – Módulo G' em função do tempo de hidratação para diferentes razões a/c (Sun et al., 2006).....	20
Figura 16 – Molde cilíndrico utilizado no método EMM-ARM no estudo de betão	22
Figura 17 – Molde em consola utilizado no estudo de pastas de cimento (Azenha, 2009).....	23
Figura 18 – Resolução do EMM-ARM (Maia et al., 2012)	25
Figura 19 – Resultado do EMM-ARM em betão (Boulay et al., 2013).....	26

Figura 20 – Agitador IKA RW 20 e pá de mistura	29
Figura 21 – Protocolo de mistura adotado	30
Figura 22 – Evolução da penetração da agulha ao longo da cura das pastas de cimento com a identificação dos instantes de início e fim de presa	31
Figura 23 - Reómetro MCR-300 da Anton Paar Physica.....	33
Figura 24 – Copo de ensaio.....	34
Figura 25 - Varrimento em deformação (0.0001 – 100 % com frequência fixa de 1 Hz)	35
Figura 26 - Varrimento em frequência (0.1 – 100 Hz com deformação fixa de 0.001 %)	36
Figura 27 - Ensaios oscilatórios de baixa amplitude com 6 horas de duração (frequência e deformação fixas, 1 Hz e 0.01 % respetivamente).....	37
Figura 28 – Evolução do modulo G' (Adaptado de Champenois et al. (2013))	38
Figura 29 – Ensaio EMM-ARM	39
Figura 30 - Evolução das frequências	40
Figura 31 - Evolução dos módulos de elasticidade baseada nas frequências de vibração.....	41
Figura 32 – VEMM-STIFF vs. Vicat.....	42
Figura 33 – Protótipo utilizada no estudo de betão (dimensões em mm)	44
Figura 34 – Campanha experimental piloto (Granja, 2016)	45
Figura 35 – Molde do ensaio preliminar (dimensões em mm)	47
Figura 36 – Ensaios preliminares	48
Figura 37 – Resultados dos ensaios preliminares	48
Figura 38 – a) imagem tridimensional do molde; b) Planta com identificação dos cortes A e B; c) Corte B (dimensões em mm) e d) Corte A (dimensões em mm).....	51
Figura 39 – Vista explodida do molde	52
Figura 40 - Intervalo entre a barra e o molde.....	53
Figura 41 – Montagem e preenchimento do molde	53
Figura 42 – Ensaio a decorrer	54
Figura 43 – Limpeza do molde	55
Figura 44 – a) Medição das temperaturas; b) Provete e molde.....	55
Figura 45 – Resultados obtidos com o novo molde	56
Figura 46 – Evolução da temperatura	56
Figura 47 – Ensaios efetuados com diferentes distâncias entre apoios.....	57
Figura 48 – Parafuso que une a barra à peça de topo.....	58
Figura 49 – Metodologia proposta vs. Vicat.....	60

Figura 50 - Metodologia proposta vs. Reómetro 61

Figura 51 - Metodologia proposta vs. EMM-ARM 6 horas 62

Figura 52 - Metodologia proposta vs. EMM-ARM 24 horas 63

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Outras expressões que relacionam a concentração de suspensões com a viscosidade (Ferraris, 1999) 9

Tabela 2 – Relações entre a tensão de corte e o gradiente de velocidade (Ferraris, 1999). 10

Tabela 3 – Composição química e propriedades físicas do cimento utilizado 28

Tabela 4 – Parâmetros utilizados na transformação das frequências em módulos 40

Tabela 5 – Dimensões estipuladas para as barras 44

Tabela 6 – Resultados dos testes de variação da distancia entre apoios 58

Tabela 7 – Resultados dos testes à influência do aperto do parafuso 58

Tabela 8 – Resultados dos ensaios entre montagens e desmontagens do molde 59

Tabela 9 - Resultados dos ensaios entre montagens e desmontagens do molde sem fita de calafetagem 59

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1.1. Enquadramento e objetivos da dissertação

O betão é um dos materiais mais utilizados na indústria da construção (Gartner, 2004). O conhecimento das propriedades reológicas do betão é de extrema importância, uma vez que a sua colocação em obra é feita em fresco.

A trabalhabilidade do betão é fortemente influenciada pelo comportamento reológico da pasta de cimento que o constitui (Tattersall e Banfill, 1983) e influencia decisivamente parâmetros como a facilidade de colocação em obra, a durabilidade e o desenvolvimento das resistências mecânicas.

O conhecimento das propriedades reológicas logo após a mistura revela-se insuficiente pois estas evoluem de forma contínua ao longo do tempo. Como consequência, as propriedades determinadas no final da mistura podem não ser as observadas aquando da colocação do betão nos moldes. Durante os primeiros minutos após mistura, a evolução da estrutura interna do betão deve-se fundamentalmente a fenómenos tixotrópicos (reversíveis) pelo que o estado de dispersão inicial pode ser recuperado com uma agitação forte (ex.: remistura no camião betoneira ou vibração). Para períodos de tempo superiores tornam-se evidentes fenómenos irreversíveis relacionados com a hidratação do cimento, que podem resultar numa perda acentuada de fluidez (Kovler e Roussel, 2011). Independentemente da sua origem, a evolução microestrutural do betão pode afetar em larga escala o processo de betonagem e, conseqüentemente, a qualidade do elemento estrutural produzido.

A monitorização da evolução das propriedades reológicas do betão quando em repouso, após a colocação nos moldes, assume também grande relevo nomeadamente no que concerne à estimativa da pressão lateral exercida nas cofragens. A correta estimativa da pressão exercida pelo betão torna possível o dimensionamento otimizado das cofragens reduzindo os custos inerentes ao sobredimensionamento (Ovarlez & Roussel, 2007).

Contudo, os métodos tradicionalmente empregues na caracterização da reologia do betão são dispendiosos e de difícil implementação in-situ, pelo que existe ainda na indústria construtiva uma preferência por testes mais simples e expeditos (Roussel e Coussot, 2005).

A metodologia desenvolvida, no âmbito desta dissertação, origina de uma solicitação da indústria com vista ao apoio da definição da velocidade de deslocamento de cofragens deslizantes (J. Granja, 2016). Inicialmente tentou implementar-se nesse estudo o método EMM-ARM, que, no entanto, se revelou pouco preciso no período de tempo antecedente à presa. Esta falta de resolução da metodologia EMM-ARM quando o betão apresenta uma rigidez muito baixa e a experiência acumulada pela equipa de investigação em técnicas baseadas na monitorização de vibrações levaram ao surgimento de uma nova metodologia que consiste na monitorização contínua da frequência de ressonância de uma barra parcialmente embebida no material em estudo.

Apesar dos resultados promissores do primeiro protótipo, foram identificados vários aspetos relevantes a melhorar de forma a tornar o método mais robusto.

Assim, as principais motivações para a realização deste trabalho são o aperfeiçoamento do procedimento experimental e a compreensão dos limites e potencialidades desta metodologia experimental inovadora.

Neste contexto, desenvolveu-se um novo molde de ensaio e foi levado a cabo um programa experimental com uma pasta de cimento de referência, envolvendo este novo método e outras técnicas experimentais complementares, como o ensaio de Vicat, ensaios reométricos e o ensaio EMM-ARM, que pretendeu contribuir para o aprofundar do conhecimento sobre as potencialidades da nova metodologia.

1.1. Organização da dissertação

A presente dissertação está organizada em cinco capítulos, sendo o Capítulo I constituído pela presente introdução.

No Capítulo II é feita a introdução a conceitos fundamentais de reologia e a métodos reológicos correntemente utilizados. Apresentam-se ainda uma revisão sobre a reologia de materiais cimentícios e sobre as técnicas experimentais complementares utilizadas no âmbito desta dissertação.

No Capítulo III é efetuada a caracterização de uma pasta de cimento de referência com metodologias apresentadas no capítulo anterior, nomeadamente o ensaio de Vicat, o ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude e o ensaio EMM-ARM. Na parte inicial são apresentados os materiais utilizados. De seguida são descritas as metodologias e os equipamentos utilizados e apresentados e comentados todos os resultados dos vários métodos utilizados. Este capítulo tem como objetivo estabelecer uma base para comparação e enquadramento para os resultados obtidos com a metodologia a apresentar no capítulo seguinte.

O Capítulo IV apresenta a metodologia de ensaio desenvolvida no âmbito desta dissertação, iniciando-se com ensaios preliminares para aferição da aplicabilidade da técnica em pastas de cimento. Seguidamente são apresentados as melhorias e adaptações introduzidas relativamente ao protótipo inicial. Este capítulo termina com uma análise comparativa de resultados, obtidos com a pasta de referência, que abrange todas as metodologias estudadas.

Finalmente no Capítulo V é apresentada uma síntese do trabalho realizado, salientando-se as conclusões mais importantes. São também sugeridos desenvolvimentos futuros para continuidade do trabalho presente nesta dissertação.

CAPÍTULO II

CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS NO ESTADO FRESCO

2.1. Reologia

A reologia é definida, de um modo alargado, como a ciência que estuda o escoamento e deformação da matéria (Tattersall e Banfill, 1983). Na prática a reologia estuda os materiais cujas leis de deformação são mais complexas do que as de um sólido elástico ideal ou de um fluido simples.

Inserem-se, portanto, no âmbito do estudo da reologia os materiais cimentícios, quer quando ainda frescos, quer depois de endurecidos. Neste capítulo, e tendo em conta o objetivo da dissertação, é dado ênfase ao estudo de materiais cimentícios no estado fresco.

2.2. Fluidos newtonianos

Para o estudo do escoamento de um fluido é necessário o conhecimento da relação entre gradiente de velocidade e a tensão de corte. De forma semelhante à deformação e tensão para sólidos elásticos ideais, o gradiente de velocidade e a tensão de corte são grandezas fundamentais para a aferição das propriedades de materiais viscosos.

Considerando um prisma retangular de um material elástico ideal, representado na Figura 1, submetido a um par de forças F aplicadas tangencialmente em faces opostas do prisma, com área A , verifica-se que a correspondente deformação, representada pelo ângulo γ , obedece à lei de Hooke (Equação 1)(Moreira, 2003):

$$\tau = \frac{F}{A} = G * \gamma \quad \text{Equação 1}$$

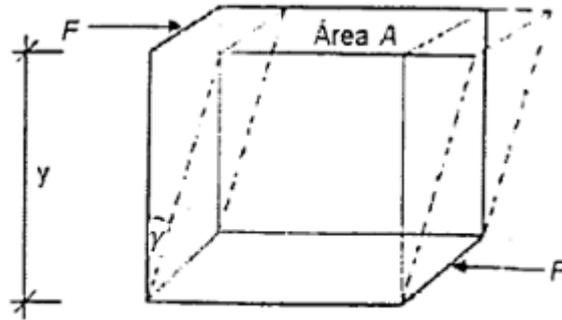


Figura 1 – Deformação de um prisma elementar por uma força tangencial (Adaptado de Moreira, 2003)

Como se pode perceber, a tensão de corte é diretamente proporcional à deformação por corte, sendo a constante de proporcionalidade o módulo de distorção ou módulo de elasticidade transversal (G).

No caso de um fluido, é evidente que não se pode experimentar diretamente a deformação de um prisma retangular. Pode-se, no entanto, admitir que um fluido laminar de área A (suficientemente grande para não ser necessário ter em conta condições de fronteira) está contido entre duas placas com área muito superior a A (dispostas de forma paralela a uma distância y) para efeitos de fundamentação de conceitos, conforme esquematizado na Figura 2. Considerando que a superfície inferior se encontra imóvel enquanto a superfície superior se desloca com uma velocidade V (devido à aplicação de uma força de corte F), se a distância y entre as duas superfícies e a velocidade V não forem muito elevadas, pode-se considerar que a distribuição da velocidade, de cada plano paralelo de fluxo (definido relativamente à sua normal) é linear, conforme indicado na Figura 3.

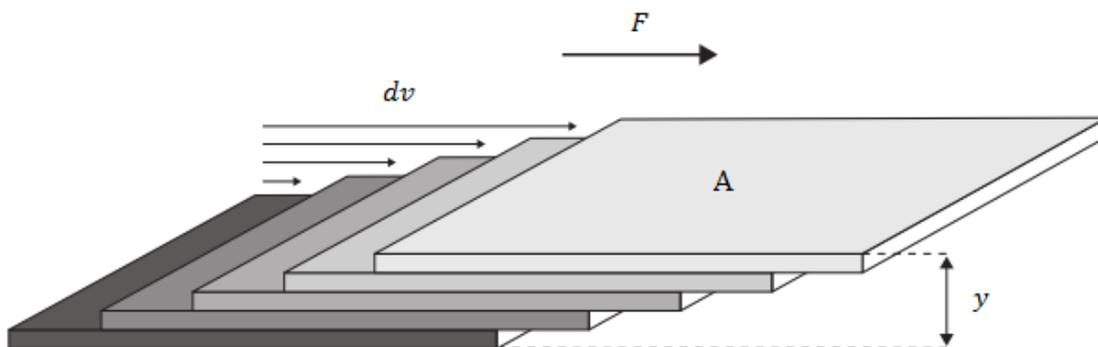


Figura 2 – Escoamento de um fluido laminar (Roussel, 2012)

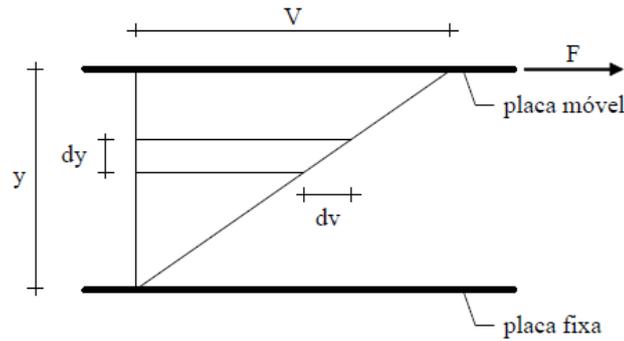


Figura 3 – Distribuição de velocidades de um fluido laminar (Adaptado de Camões, 2005)

Em fluidos Newtonianos, constata-se que a tensão de corte, τ , exercida entre dois planos paralelos do fluido é proporcional ao gradiente de velocidade, $\dot{\gamma}$, quantificado na direção perpendicular à do escoamento ($\dot{\gamma} = \frac{dv}{dy}$). (Equação 2):

$$\tau = \frac{F}{A} = \eta \frac{dv}{dy} \text{ ou } \tau = \eta \dot{\gamma} \quad \text{Equação 2}$$

em que a constante de proporcionalidade é o coeficiente de viscosidade η .

As leis de Hooke e Newton que acabam de ser explanadas encontram-se representadas graficamente na Figura 4.

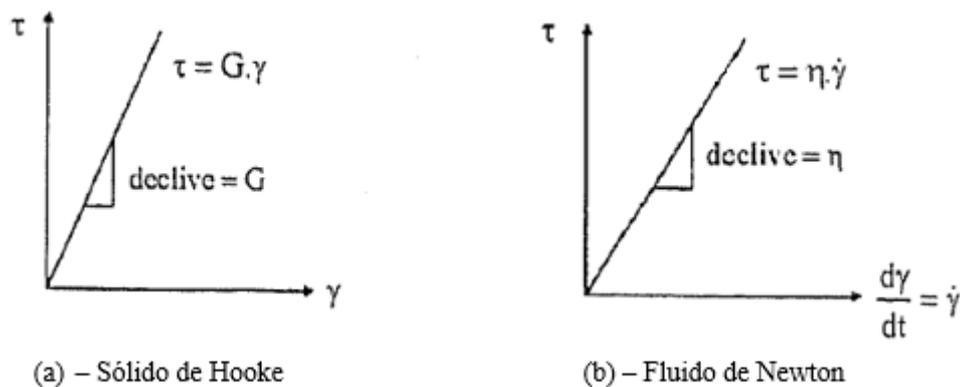


Figura 4 – Leis de Hooke e Newton

Suspensões

A categoria de fluidos newtonianos não está restrita aos materiais estritamente homogêneos. As suspensões muito diluídas, de partículas sólidas em fluidos newtonianos, podem também ser

consideradas newtonianas, pois neste caso o comportamento do fluido assemelha-se ao do líquido intersticial (Roussel, 2012). A viscosidade da suspensão η_s é função da viscosidade do líquido (newtoniano) η e da concentração em volume ϕ da suspensão.

A concentração volúmica em material sólido ou compacidade, ϕ , é definida pela relação:

$$\phi = \frac{V_s}{V_s + V_l} \quad \text{Equação 3}$$

onde V_s é o volume da fase sólida e V_l o volume de líquido.

Einstein (1906) estabeleceu a seguinte expressão para determinar a viscosidade de suspensões diluídas em função da compacidade:

$$\eta_s = \eta(1 + 2.5\phi) \quad \text{Equação 4}$$

Esta expressão constitui uma excelente aproximação, para suspensões muito diluídas, nas quais as partículas apresentam uma forma esférica e não têm interação entre si (Rutgers, 1962).

Várias expressões foram depois desenvolvidas para descrever a viscosidade de suspensões mais concentradas, entre elas a expressão de Krieger-Dougherty (Krieger e Dougherty, 1959):

$$\eta_s = \eta(1 - \phi/\phi_m)^{-2.5\phi_m} \quad \text{Equação 5}$$

na qual se salienta a introdução de um novo parâmetro ϕ_m , que representa a máxima concentração volúmica em material sólido que pode ser alcançada com a introdução de partículas no sistema.

Esta expressão é válida apenas para suspensões com uma concentração inferior a 55 %, quando a concentração volúmica em material sólido se aproxima do seu valor máximo, ϕ_m , a viscosidade tende para infinito (Figura 5). O valor de ϕ_m a utilizar na Equação 5 tem um grande impacto na viscosidade determinada, no entanto esta grandeza é de difícil definição pois depende da distribuição espacial dos elementos sólidos (Roussel, 2012).

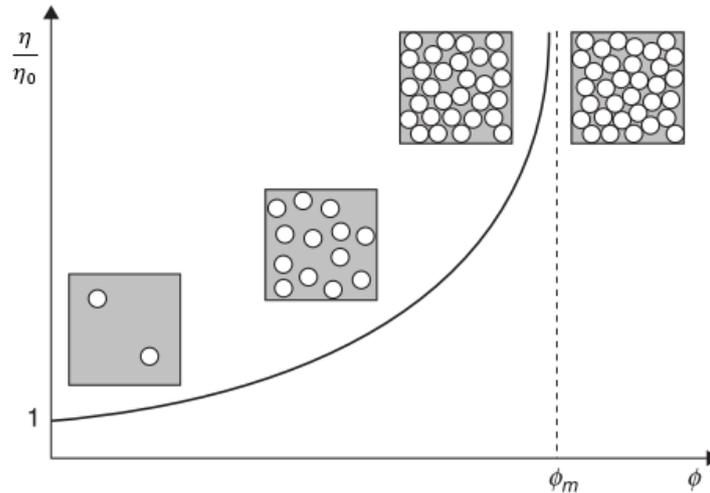


Figura 5 – Viscosidade relativa de uma suspensão de esferas uniformes num liquido newtoniano em função da compactidade (Adaptado de Roussel (2012))

Existem ainda outras expressões que relacionam a concentração de suspensões com a viscosidade (Tabela 1).

Tabela 1 – Outras expressões que relacionam a concentração de suspensões com a viscosidade (Ferraris, 1999)

Autor	Expressão	Hipótese
Roscoe	$\eta_s = \eta(1 - 1.35\phi)^{-K}$	Considera a interação entre partículas
Mooney	$\eta_s = \eta \exp\left(\frac{[\eta]\phi_m}{1 - \frac{\phi}{\phi_m}}\right)$	Tem em consideração a compactidade máxima

K – Constante;

2.3. Fluidos não-newtonianos

Em fluidos newtonianos a razão entre a tensão de corte e o gradiente de velocidade é constante (coeficiente de viscosidade η). Este é, no entanto, o comportamento mais simples de um fluido existindo vários materiais de aplicação industrial que apresentam comportamentos distintos. Em fluidos não-newtonianos a viscosidade varia com o gradiente de velocidade aplicado e/ou com o historial de tensões (Roussel, 2012). Na caracterização do comportamento de fluidos e

suspensões, além das expressões que relacionam a concentração de suspensões com a viscosidade, existem ainda expressões que relacionam a tensão de corte e o gradiente de velocidade (Tabela 2).

Tabela 2 – Relações entre a tensão de corte e o gradiente de velocidade (Ferraris, 1999).

Autor	Expressão
Newton	$\tau = \eta\dot{\gamma}$
Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta\dot{\gamma}$
Herschel e Bulkley	$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n$
Lei de potência	$\tau = A\dot{\gamma}^n$ n=1: fluido newtoniano; n>1: fluido dilatante ou “espessante” n<1: fluido pseudo-plástico ou “fluidificante”.
Vom Berg e Oswald-de-Waele	$\tau = \tau_0 + B \sinh^{-1} \left(\frac{\dot{\gamma}}{C} \right)$
Eyring	$\tau = a\dot{\gamma} + B \sinh^{-1} \left(\frac{\dot{\gamma}}{C} \right)$
Robertson-Stiff	$\tau = a(\dot{\gamma} + C)^b$
Atzeni, Massida e Sanna	$\dot{\gamma} = \alpha\tau^2 + \beta\tau + \delta$

τ_0 – Tensão limite de escoamento

$A, a, B, b, C, k, \alpha, \beta, \delta$ – constantes;

Na Tabela 2 podemos observar que em todas as relações propostas, à exceção da aplicável a um fluido de Newton, são utilizados pelo menos dois parâmetros para descrever o escoamento

de um fluido. As equações de Bingham, Herschel e Bulkley e Vom Berg e Oswald-de-Waele incorporam um fator comum, nomeadamente a tensão limite de escoamento ou tensão de cedência (τ_0).

A tensão de cedência representa fisicamente a tensão que é necessário imprimir no fluido para que se inicie o escoamento, corresponde ao valor da ordenada na origem, no diagrama tensão de corte – gradiente de velocidade. A viscosidade representa o declive desse mesmo diagrama, estando relacionada com a resistência à deformação do fluido quando em movimento, não se manifestando quando o fluido se encontra em repouso.

Apresentam-se agora graficamente algumas das expressões descritas na Tabela 2. O diagrama que exprime a relação entre o gradiente de velocidade e a tensão de corte é designado por curva de escoamento ou diagrama reológico.

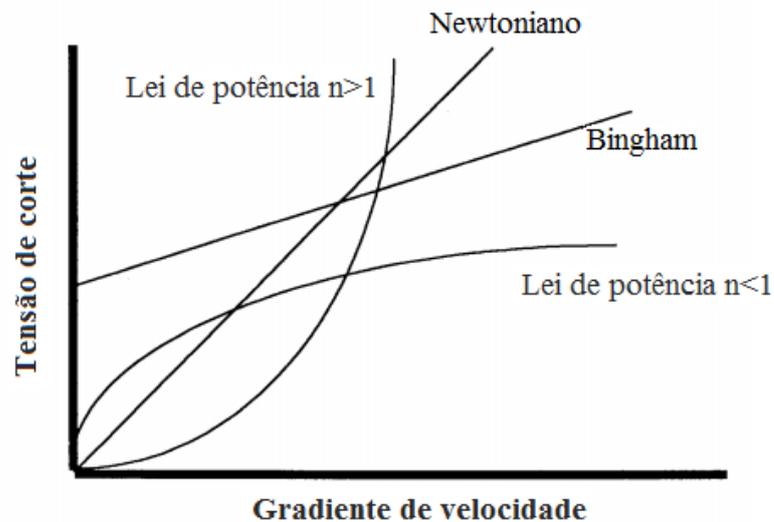


Figura 6 – Relações gradiente de velocidade – tensão de corte (Ferraris, 1999).

Da observação da Figura 6, podemos concluir que as diferentes expressões propostas exprimem diferentes comportamentos reológicos. Os vários comportamentos reológicos encontram-se resumidos na Figura 7.

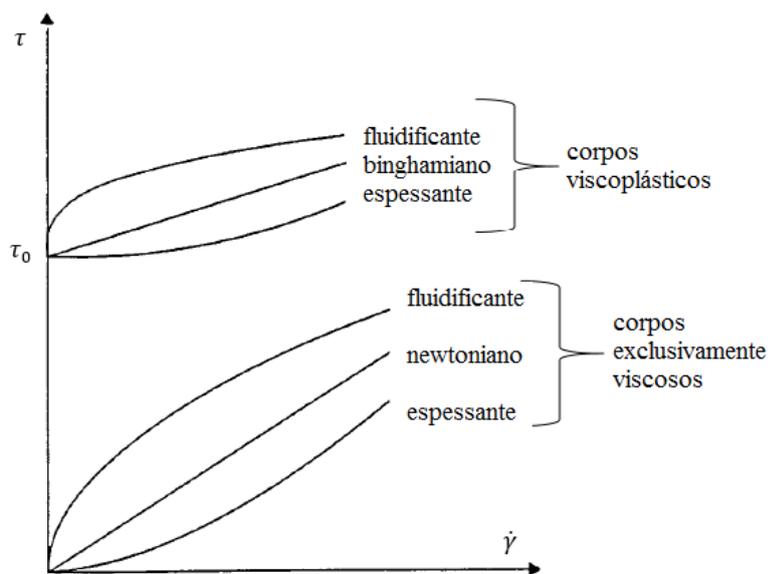


Figura 7 – Diferentes comportamentos reológicos (Moreira, 2003)

Com base na Figura 7 podemos observar que os fluidos podem ser classificados como viscoplásticos ou corpos exclusivamente viscosos caso exibam ou não tensão de cedência. Se a viscosidade de um fluido diminui com o aumento do gradiente de velocidade, o seu comportamento é dito fluidificante. Caso contrário, se a viscosidade aumenta com o aumento do gradiente de velocidade aplicado o fluido diz-se espessante. Um material exclusivamente viscoso com viscosidade constante é denominado newtoniano. Por sua vez, um corpo viscoplástico com viscosidade constante designa-se binghamiano.

Muitos materiais industriais apresentam um caráter viscoplástico, sendo capazes de manter a forma que lhes foi conferida desde que a tensão a que estão sujeitos seja inferior a um valor crítico (aspecto fundamental para determinadas aplicações). Quando a tensão aplicada supera o valor crítico de tensão o comportamento aparente do material é alterado, escoando enquanto a tensão é mantida acima da crítica (Coussot et al., 2006). Abaixo da tensão crítica estes fluidos apresentam uma resposta às solicitações intermédia entre um fluido viscoso e um sólido elástico (viscoelasticidade).

2.3.1. Tixotropia

A tixotropia é um fenómeno comum em fluidos com tensão de cedência pois estes fluidos pressupõem a existência de uma microestrutura, que é destruída quando lhes é imposto o escoamento (Roussel, 2012). Após ultrapassada a tensão de cedência do material este começa

a escoar. Se o esforço para manter o escoamento (viscosidade) diminui com o tempo, o fluido é considerado tixotrópico, se o fenómeno for reversível (P. Coussot et al., 2002). A microestrutura de um fluido tixotrópico é recuperada quando em repouso (Figura 8).

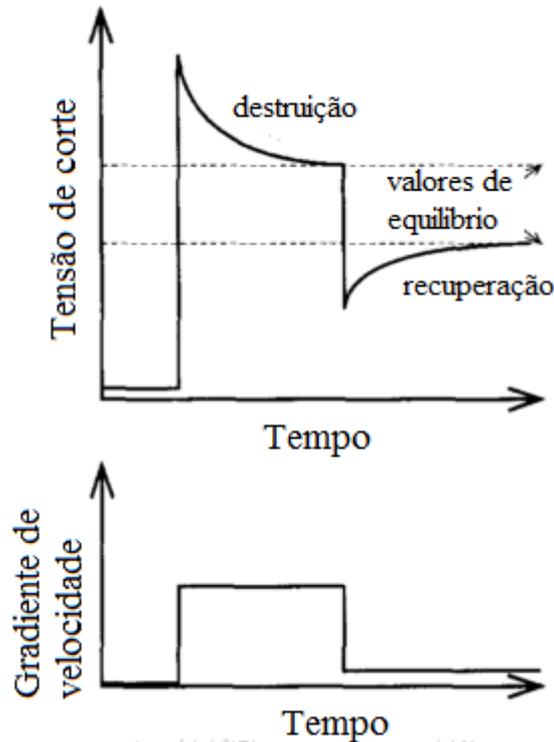


Figura 8 – Comportamento típico de um material tixotrópico (Adaptado de Barnes e Barnes, (1997))

Na Figura 8 é apresentado o comportamento de um material tixotrópico, quando a partir do repouso é imposto um gradiente de velocidade constante verifica-se uma diminuição progressiva do esforço para manter o escoamento, tendendo para um valor de equilíbrio. Se houver uma redução repentina do gradiente de velocidade a microestrutura é parcialmente recuperada e é encontrado um novo valor de equilíbrio. A Figura 8 ilustra o caráter reversível da tixotropia.

2.4. Reómetros rotacionais

A determinação das propriedades reológicas de um material é normalmente executada com recurso a aparelhos designados reómetros. Grande parte dos reómetros disponíveis comercialmente são reómetros rotacionais. Nestes instrumentos o material em teste é confinado entre duas superfícies e sujeito à aplicação contínua de esforços de corte, pela rotação de uma ou das duas superfícies (Hackley e Ferraris, 2001). A maioria dos reómetros rotacionais

baseiam-se na rotação relativa sob um eixo comum de uma de três geometrias: pratos paralelos, cone e prato ou cilindros coaxiais (Coussot, 2005), que se encontram expostas na Figura 9.

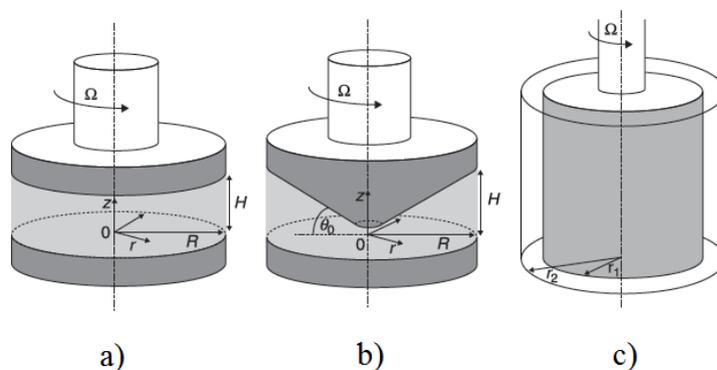


Figura 9 – Geometrias standard: a) pratos paralelos; b) cone e prato; c) cilindros coaxiais. (Coussot, 2005)

Na geometria de pratos paralelos o material é colocado entre dois discos de raio R , separados de uma distância H definida pelo operador. O prato inferior encontra-se fixo enquanto a rotação é imposta no prato superior a uma velocidade angular Ω . Na geometria de cone e prato o material é colocado entre um cone invertido e um disco com o mesmo eixo de simetria e raio (R). Neste caso o prato inferior encontra-se fixo e a rotação é imposta no cone com uma velocidade angular Ω , o espaçamento H é fixo. No caso dos cilindros coaxiais o material é ensaiado no espaço compreendido entre os dois cilindros. Normalmente o corte é imposto pela rotação do cilindro interior sob o seu eixo a uma velocidade angular Ω , enquanto o cilindro exterior permanece imóvel (Roussel, 2012).

Independentemente da geometria utilizada o princípio de funcionamento é o mesmo, o reómetro impõe uma velocidade de rotação na geometria de medição e mede o momento gerado pela resistência do fluido em teste.

O principal objetivo da utilização de reómetros rotacionais é a obtenção da curva de escoamento (Brunner, 2014) do material em teste. Para gerar a curva de escoamento, a velocidade angular é variada numa determinada gama de valores pré-estabelecida. Conhecendo as dimensões da geometria de medição é possível converter analiticamente as grandezas velocidade angular e momento em gradiente de velocidade e tensão de corte (Roussel, 2012).

Os reómetros rotacionais permitem ainda a realização de ensaios oscilatórios para caracterização das propriedades viscoelásticas de amostras (Hackley e Ferraris, 2001). A vantagem dos ensaios

oscilatórios aplicando pequenas deformações é a possibilidade de efetuar medições não destrutivas perturbando minimamente a amostra (Nguyen e Boger, 1992). Nas medições oscilatórias a tensão e deformação variam de forma harmônica com o tempo. Os parâmetros viscosos e elásticos são obtidos a partir da resposta do material.

2.5. Reologia de pasta de cimento

Na sua generalidade, os materiais cimentícios em estado fresco são fluidos que apresentam tensão de cedência, resultante das forças de atração entre partículas. As suas propriedades reológicas são dependentes do historial de tensões a que são submetidos. A pasta de cimento, no que se refere ao seu comportamento reológico, é entendida como uma suspensão concentrada de partículas sólidas em líquido (Wallevik, 2009) e o seu comportamento reológico é frequentemente associado ao de um fluido de Bingham.

2.5.1. Curva de escoamento

Para a obtenção da curva de escoamento de uma pasta de cimento é normalmente empregue um de dois métodos (Han, 2014).

No primeiro método é determinada a curva de histerese (Banfill e Saunders, 1981). A curva de histerese é obtida aumentando gradualmente o gradiente de velocidade, $\dot{\gamma}$, de zero até determinado valor $\dot{\gamma}_1$, deste processo resulta o ramo ascendente da curva. O ramo descendente é obtido diminuindo o gradiente de velocidade de $\dot{\gamma}_1$ até zero (Figura 10).

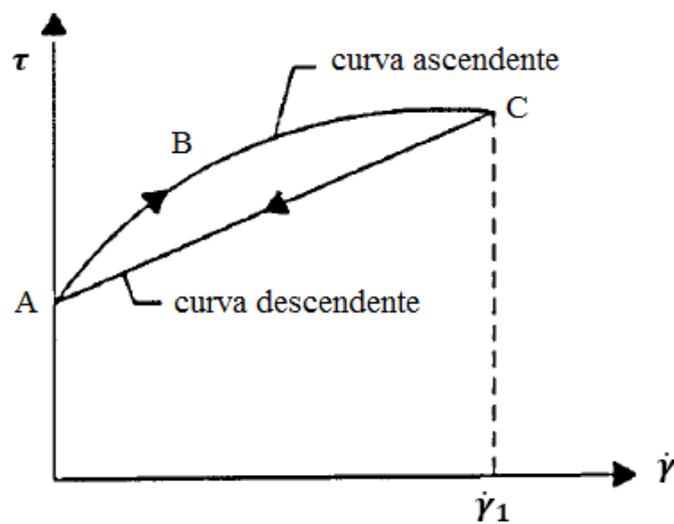


Figura 10 – Curva de histerese (Moreira, 2003)

Observando a figura é possível verificar que as curvas ascendente e descendente não são coincidentes. Isto deve-se ao facto de as forças tangenciais destruírem ou tenderem a destruir alguma estrutura que exista no material em repouso. A área existente entre as duas curvas pode ainda ser interpretada como uma medida da tixotropia da pasta de cimento.

Como a curva descendente é linear e pode ser facilmente ajustada com o modelo de Bingham, é normalmente utilizada para calcular a viscosidade e a tensão de cedência (Williams et al., 1999).

O segundo método de obtenção da curva de escoamento consiste na aplicação de gradientes de velocidade por patamares (Sun et al., 2006). Cada valor de gradiente de velocidade é mantido constante, até que a correspondente tensão instalada no material em ensaio estabilize (Figura 11).

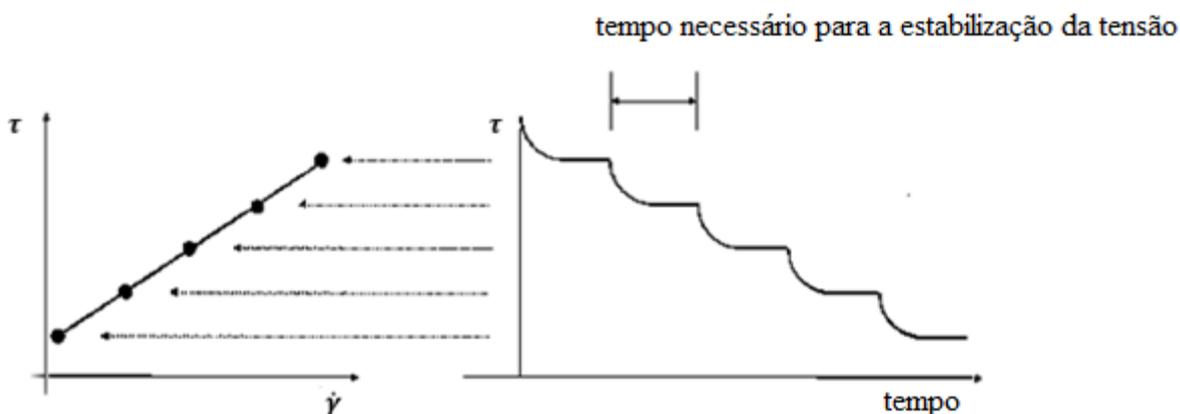


Figura 11 – Procedimento para obtenção da curva de escoamento pela aplicação de gradientes de velocidade por patamares (Han, 2014).

A tensão de equilíbrio é entendida como a mínima tensão que é possível obter para determinado gradiente de velocidade. A diferença entre a máxima e mínima tensão medida para certo gradiente de velocidade pode ser também entendida como uma medida de tixotropia (Roussel, 2005).

Apresenta-se agora, na Figura 12, uma curva de escoamento de uma pasta de cimento, obtida através do segundo método enumerado recorrendo a um reómetro rotacional equipado com a geometria de cilindros concêntricos (Sun et al., 2006).

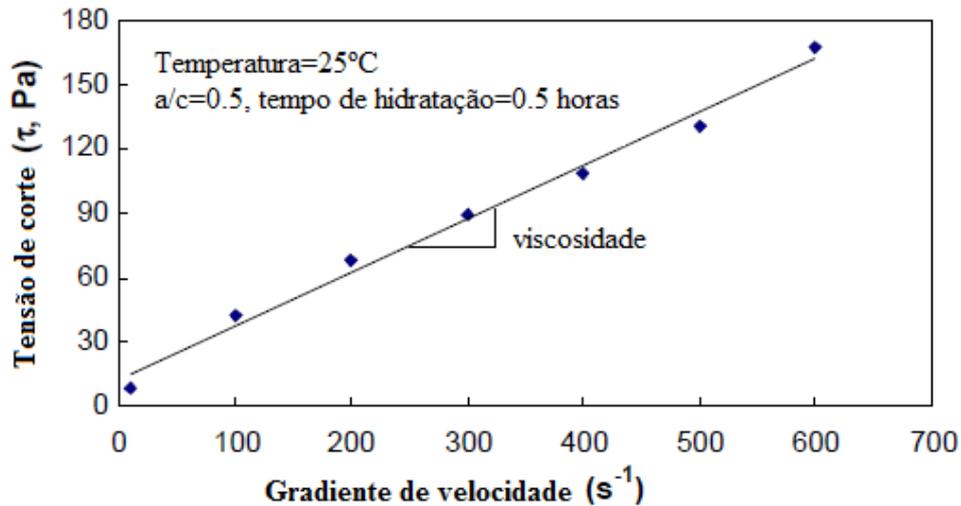


Figura 12 – Curva de escoamento de uma pasta de cimento Portland (Sun et al., 2006)
 Como se pode observar na figura, a curva de escoamento foi obtida através da interpolação dos vários pontos ($\dot{\gamma}$, τ) determinados no ensaio. O declive da curva define a viscosidade da pasta. O valor da tensão de cedência pode ser obtido pela extrapolação da curva para gradiente de velocidade igual a zero (Nguyen e Boger, 1992).

2.5.2. Ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude

A pasta de cimento quando sujeita a uma solicitação, responde de uma forma intermédia entre um material viscoso e elástico (Sun et al., 2006). A evolução das propriedades viscoelásticas de pastas de cimento pode ser medida recorrendo a métodos de reologia dinâmicos (Nachbaur et al., 2001; Schultz e Struble, 1993). Nestes ensaios a amostra de pasta de cimento a submetida a uma deformação oscilatória, $\gamma(t)$, com frequência constante, ω , definida por (Schultz e Struble, 1993):

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin \omega t \quad \text{Equação 6}$$

onde γ_0 representa a amplitude de deformação, ω a frequência angular e t o tempo.

A resposta em tensão, à deformação imposta apresenta a forma:

$$\tau(t) = G'(\gamma_0 \sin \omega t) + G''(\gamma_0 \cos \omega t) \quad \text{Equação 7}$$

os coeficientes G' e G'' representam as componentes elástica (em fase com a deformação) e dissipativa (viscosa) do módulo complexo G^* (Equação 8).

$$G^* = G' + iG'' \quad \text{Equação 8}$$

Para um sólido ideal G'' é igual a zero (não existe dissipação pois o sólido é perfeitamente elástico) e o G^* é igual a G' . Para um líquido ideal G' é igual a zero.

Outro parâmetro que é possível aferir neste tipo de ensaio é o ângulo de fase (δ), que representa o desfasamento entre a deformação aplicada e a correspondente tensão (Equação 9).

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad \text{Equação 9}$$

O ângulo de fase (δ) é igual a zero para um sólido ideal e $\pi/2$ para um líquido ideal (Schultz e Struble, 1993).

O comportamento exibido por um sólido ou líquido ideal durante um ensaio oscilatório pode ser observado na Figura 13.

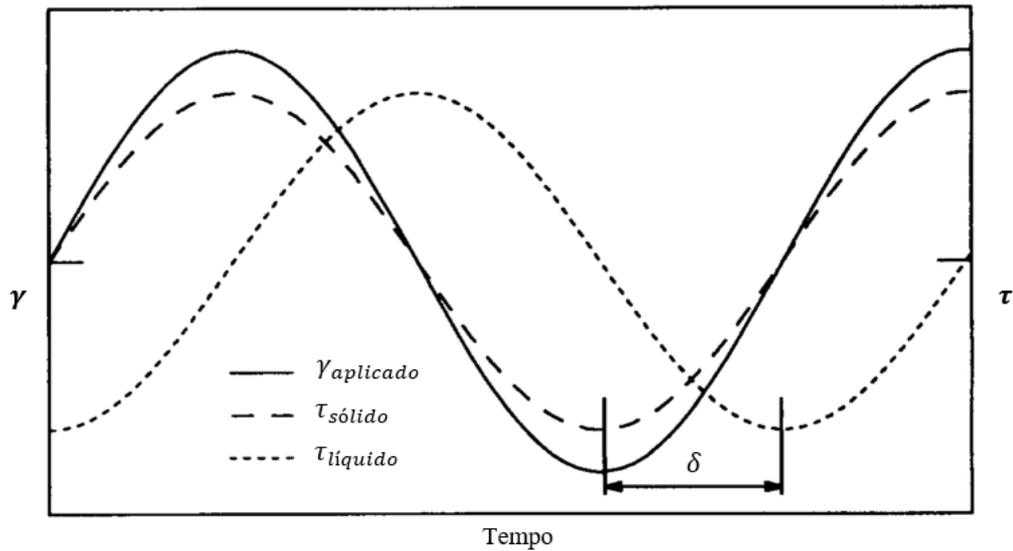


Figura 13 – Deformação oscilatória aplicada (γ) e tensão resultante (τ) para um sólido e líquido ideal. O δ representa o ângulo de fase para um líquido ideal. (Adaptado de Schultz e Struble (1993))

A amplitude de deformação aplicada na pasta de cimento durante um ensaio oscilatório deve ser bastante baixa para que as medições não sejam destrutivas. De facto, acima de um determinado valor de amplitude de deformação, denominado deformação crítica, γ_c , ocorre a desestruturação do material. Para determinar a amplitude de deformação crítica é comum a realização de varrimentos em deformação. Nos varrimentos em deformação são aplicadas oscilações de crescente amplitude (γ_0) para determinar o valor de deformação (γ_c) abaixo do qual o módulo G' é constante (Nachbaur et al., 2001; Schultz e Struble, 1993). Após a determinação da deformação crítica, é também comum a realização de varrimentos em frequência (oscilações com amplitude constante e frequência crescente) para perceber as propriedades de dissipação de material, como o tempo de relaxação da microestrutura (Derec et al., 2003). Os resultados de varrimentos em frequência e deformação efetuados numa suspensão coloidal densa são expostos na Figura 14.

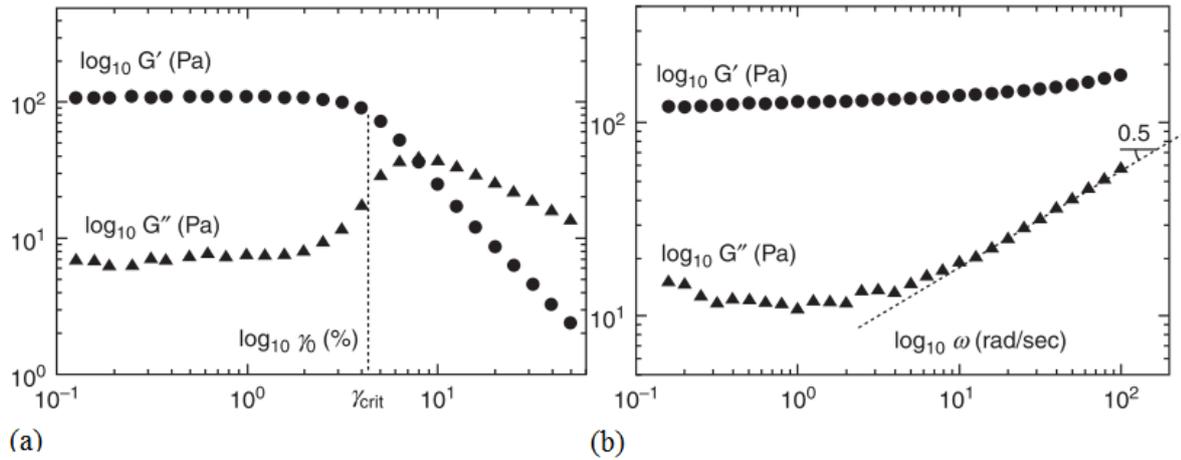


Figura 14 – (a) G' e G'' durante um varrimento em deformação numa suspensão coloidal densa; (b) G' e G'' durante um varrimento em frequência para a mesma suspensão no domínio elástico (adaptado de Derec et al., 2003)

Como é possível observar na figura, acima a partir da amplitude de deformação crítica verifica-se um decréscimo acentuado do módulo G' representativo da destruição microestrutural. A partir de determinado valor de frequência o tempo de relaxação entre ciclos torna-se insuficiente e as partículas não são capazes de recuperar elasticamente, verificando-se um aumento da componente dissipativa (G'').

Apresenta-se agora na Figura 15 a evolução dos módulos G' e G'' ao longo das primeiras horas de hidratação de uma pasta de cimento com uma razão água/ligante de 0.4, determinada através de um ensaio oscilatório realizado com recurso a um reómetro equipado com a geometria de cilindros concêntricos (Sun et al., 2006).

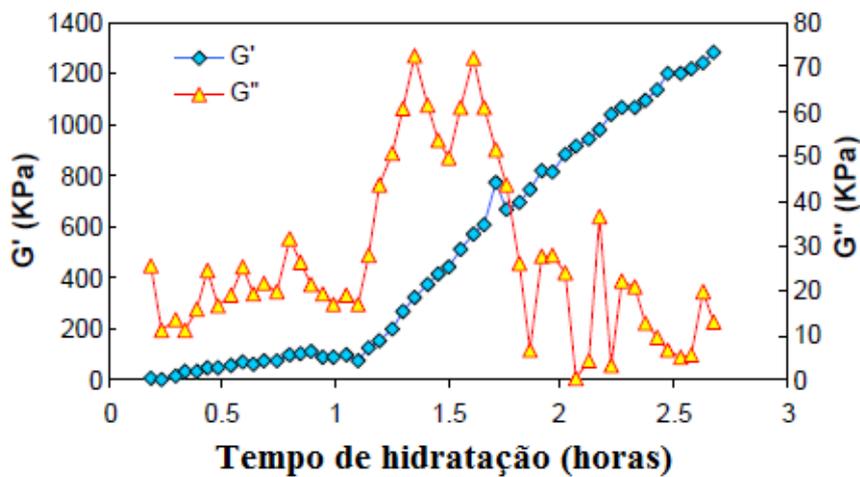


Figura 15 – Módulo G' em função do tempo de hidratação para diferentes razões a/c (Sun et al., 2006).

Como o módulo G' supera o módulo G'' minutos após a mistura e apresenta uma evolução muito mais significativa durante a hidratação do cimento é comum considerar-se na análise de resultados apenas a evolução do módulo G' (Champenois et al., 2013). Da observação da Figura 15 podemos concluir que a pasta apresenta um período inicial no qual se registam evoluções pouco significativas do módulo G' seguido de um período de crescimento acelerado. O módulo G'' apresenta valores residuais comparados ao do G' ao longo de todo o ensaio.

2.6. Técnicas complementares utilizadas na dissertação

No presente subcapítulo efetua-se uma revisão relativamente às metodologias complementares utilizadas na dissertação. Serão descritas a metodologia EMM-ARM e o ensaio de Vicat. O ensaio de Vicat é um dos métodos mais expeditos e disseminados para o estudo de materiais cimentícios em estado fresco. Já o EMM-ARM permite fazer medições da rigidez de materiais cimentícios desde o estado fresco, com base na monitorização das vibrações de uma viga preenchida com material em teste.

2.6.1. Ensaio de Vicat

O ensaio de Vicat é a técnica mais comum para identificar os tempos de presa de pastas de cimento. É um método baseado na resistência dinâmica à penetração de uma agulha com peso e forma normalizados. Neste ensaio o decréscimo da penetração de uma agulha na amostra ao longo do tempo é relacionado com a formação da microestrutura do material. As profundidades de penetração correspondentes ao início e fim de presa encontram-se estipuladas em normas. Neste estudo os ensaios foram realizados de acordo com a norma EN 196-3 (CEN, 2005), pelo que a agulha a utilizar deve pesar 300 g e ter 1 mm de diâmetro. As medições da profundidade de penetração devem ser feitas de 30 em 30 minutos até ao início de presa. Depois de detetado o início de presa, o tempo entre medições é encurtado para 15 minutos.

O ensaio de Vicat é um método destrutivo, na medida em que não se podem executar ensaios em contínuo no mesmo ponto. Outro aspeto criticado neste método é a escolha algo arbitrária das profundidades de penetração que determinam os instantes de presa (dependentes da norma seguida), levantando a possibilidade de os instantes de presa não corresponderem a um aspeto específico da formação microestrutural da pasta (Sant et al., 2009).

2.6.2. EMM-ARM

O EMM-ARM é uma metodologia experimental introduzida por Azenha (2009), que permite monitorizar a evolução do módulo de elasticidade de materiais cimentícios desde a colocação no molde de ensaio. O método consiste na identificação modal de uma viga mista (composta pelo material do molde, preenchido com o material em estudo). A medição do módulo de elasticidade é feita de forma automática e contínua com base nas vibrações da viga, provocadas pela ação de ruído ambiente, não sendo necessária excitação forçada do provete.

Na primeira aplicação reportada deste método foi utilizado um tubo de acrílico (92 mm de diâmetro interno, 4 mm de espessura e 2 m de comprimento) preenchido com betão auto-compactável, colocado em esquema estrutural simplesmente apoiado (Azenha et al., 2010). As leituras da frequência de vibração da viga foram efetuadas a meio vão (Figura 16).

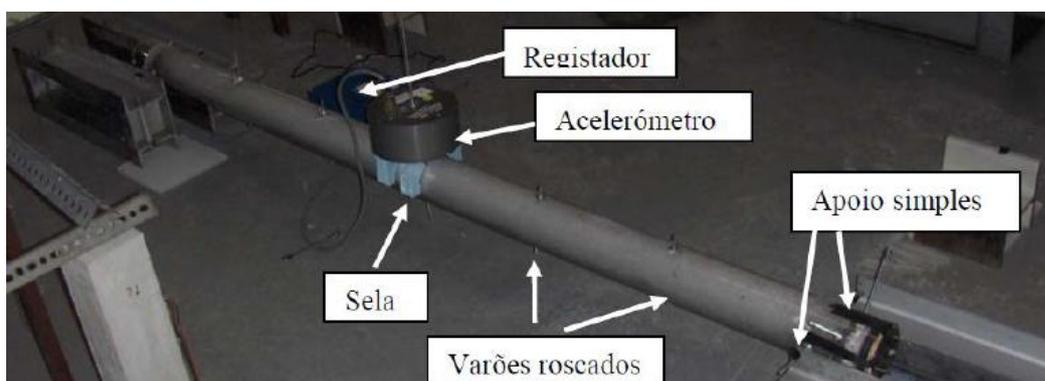


Figura 16 – Molde cilíndrico utilizado no método EMM-ARM no estudo de betão

A partir dos acelerogramas registados, recorrendo ao procedimento de Welch (Magalhães et al., 2004) são obtidos gráficos onde são apresentadas as intensidades de resposta da estrutura em cada frequência (espectros de frequências). A frequência de vibração da viga é determinada como o pico de maior amplitude dos espectros de frequência.

Após ser identificado o valor da primeira frequência natural da viga e tendo em conta o conhecimento das características geométricas e de rigidez do molde, recorre-se à equação de equilíbrio dinâmico da viga (Clough e Penzien, 1995) para obter a rigidez do material testado:

$$EI \frac{\partial^4 v(x, t)}{\partial^4} + \bar{m} \frac{\partial^2 v(x, t)}{\partial^2} = 0 \quad \text{Equação 10}$$

na qual E representa o módulo de elasticidade da secção mista (Pa), I é o momento de inércia da secção mista (m^4), v o movimento vertical na posição x medida ao longo do eixo da viga (m), \bar{m} é a massa uniformemente distribuída por unidade de comprimento (kg/m) e t o tempo.

A aplicação deste método foi também estendida às pastas de cimento (Maia et al., 2011). Esta variante difere do método inicial, aplicado a betão, em dois aspetos: (i) a secção do tubo é reduzida; (ii) em vez de a viga se encontrar simplesmente apoiada, passa a estar encastrada numa extremidade. Na Figura 17 é representada uma foto e um esquema cotado do ensaio em pastas de cimento.

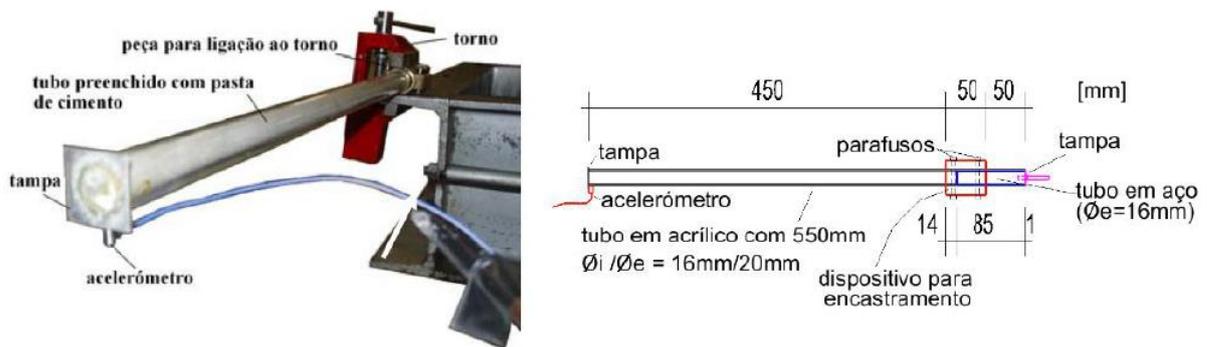


Figura 17 – Molde em consola utilizado no estudo de pastas de cimento (Azenha, 2009)

Aplicando as condições de fronteira relativas a este esquema estrutural e tendo em conta a massa concentrada na extremidade livre da viga (acelerómetro), a rigidez da viga mista (EI) pode ser obtida resolvendo o sistema de equações resultante (Maia et al., 2012):

$$a^3 [\cosh(aL_c) \cos(aL_c) + 1] + \frac{\omega^2 m_p}{EI} [\cos(aL_c) \sinh(aL_c) - \cosh(aL_c) \sin(aL_c)] = 0 \quad \text{Equação 11}$$

no qual:

$$a = \sqrt[4]{\frac{\omega^2 \bar{m}}{EI}}$$

Equação 12

$$\omega = 2\pi f$$

Equação 13

- EI Rigidez da viga mista (Nm^2);
- m_p Massa concentrada na extremidade livre da viga (kg);
- \bar{m} Massa distribuída ao longo da viga (kg/m);
- f Frequência fundamental de vibração (Hz);
- L_c Comprimento total da viga encastrada.

São conhecidos todos os parâmetros da equação, sendo que o valor de EI da viga mista pode ser traduzido como a soma das dos dois materiais envolvidos através da equação:

$$EI = E_a I_a + E_c I_c$$

Equação 14

em que:

- E_a Módulo do molde (Pa);
- E_c Módulo de elasticidade do material cimentício em teste (Pa);
- I_a Inércia do molde (m^4);
- I_c Inércia do material cimentício testado (m^4).

Apresentam-se agora na Figura 18 resultados obtidos durante as primeiras horas com o ensaio EMM-ARM em pastas de cimento, uma simples e outra incorporando cinzas volantes (Maia et al., 2012).

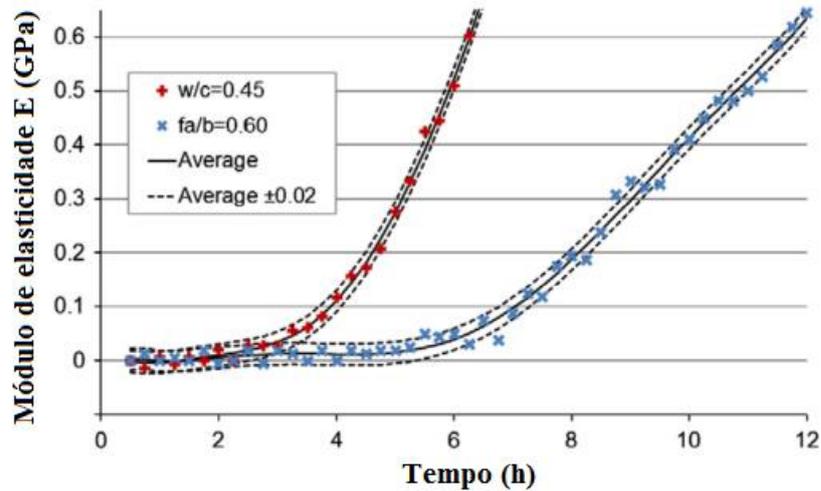


Figura 18 – Resolução do EMM-ARM (Maia et al., 2012)

Maia et al. (2012) concluíram, através de um ajuste aos resultados, que a resolução do EMM-ARM não é apropriada para estudar a evolução do módulo de elasticidade no período fresco apresentando uma variação de em relação ao ajuste de ± 0.02 GPa. Esta variação é muito elevada tendo em conta que a rigidez das pastas nos primeiros instantes após a mistura é muito baixa.

Noutro estudo ainda (Boulay et al., 2013), desta feita na vertente do EMM-ARM para aplicação em betão, os resultados antecedentes ao início de presa foram colocados a cor diferente (Figura 19) pelo facto de na aplicação da equação de movimento utilizada na conversão de frequências de ressonância em módulo de elasticidade se pressupor que o betão é um sólido, o que torna questionável a sua aplicação quando o betão se encontra no estado fresco.

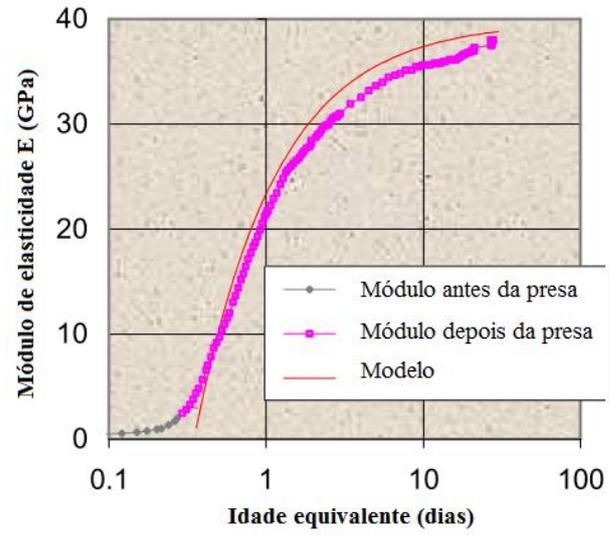


Figura 19 – Resultado do EMM-ARM em betão (Boulay et al., 2013)

CAPÍTULO III

PROGRAMA EXPERIMENTAL PARA CARACTERIZAÇÃO DE PASTAS DE CIMENTO DESDE O ESTADO FRESCO

O programa experimental envolveu a implementação de diferentes métodos para caracterização da evolução das propriedades mecânicas de pastas de cimento desde o estado fresco. O trabalho reportado neste capítulo pretende estabelecer uma caracterização cuidada de uma pasta de cimento de referência através de métodos experimentais bem estabelecidos. Foi selecionado o método de Vicat para determinação dos tempos de presa, bem como o uso de reómetro para aferição das propriedades viscoelásticas durante as primeiras horas de hidratação. Adicionalmente, foi também efetuado ensaio com recurso ao método EMM-ARM que permite a monitorização da rigidez de materiais cimentícios desde o estado fresco. Pretende-se com a presente caracterização estabelecer uma base comparativa de características da pasta de cimento em estudo, por forma a melhor compreender o tipo de informação que é possível extrair com a metodologia que será apresentada no Capítulo 4.

3.1. Materiais

No âmbito deste trabalho foram testadas pastas de cimento constituídas por Cimento CEM II/B-L 32.5N (SECIL). A escolha deste tipo de cimento baseou-se no facto de ser um cimento frequentemente utilizado nas obras de construção civil em Portugal, pela sua excelente trabalhabilidade e baixo calor de hidratação (SECIL, 2004). A composição de pasta de cimento adotada para os vários testes apresentava uma razão água/cimento (a/c) de 0.45 em peso. A escolha desta relação a/c prendeu-se essencialmente com a intenção de garantir fluidez adequada para as necessárias colocações em molde, enquadrando-se ao mesmo tempo em valores de a/c tipicamente encontrados na construção civil.

A composição química do cimento, de acordo com a folha de caracterização mensal do lote utilizado (controlo de qualidade), é apresentada na Tabela 3:

Tabela 3 – Composição química e propriedades físicas do cimento utilizado

		Sigla	CEM II/B-L 32.5N
Perda ao fogo	%	P.F.	13.5
Resíduo Insolúvel	%	R.I.	3.02
Óxido de Silício	%	SiO ₂	15.91
Óxido de Alumínio	%	Al ₂ O ₃	4.21
Óxido de Ferro	%	Fe ₂ O ₃	2.56
Óxido de Cálcio	%	CaO	58.02
Óxido de Magnésio	%	MgO	1.38
Sulfatos	%	SO ₃	2.71
Óxido de Potássio	%	K ₂ O	
Óxido de Sódio	%	Na ₂ O	
Cloretos	%	Cl	0.04
Cal Livre	%	-	
Dióxido de Carbono	%	CO ₂	Sem informação
Superfície específica de Blaine	(cm ² /g)	-	4899

3.2. Preparação das amostras

Para assegurar que o material ensaiado fosse homogéneo e para que pudessem ser feitas comparações diretas entre resultados de ensaios de amostras de diferentes amassaduras, foi implementado um protocolo de mistura.

3.2.1. Equipamento

A preparação de todas as amostras foi feita recorrendo a um agitador RW 20 da “IKA”, de eixo vertical, provido de um mostrador digital, que permitiu controlar com precisão a velocidade a que foram feitas as misturas do cimento com a água. A gama de velocidades de trabalho do agitador varia entre as 60 e as 2000 rpm. O instrumento de mistura foi uma pá utilizada de forma comum na indústria da construção para misturar materiais em pó com água. O agitador e a pá de mistura estão representados na Figura 20.



Figura 20 – Agitador IKA RW 20 e pá de mistura

3.2.2. Processo de mistura

O betão quando misturado a velocidades de rotação normais acaba por provocar tensões de corte elevadíssimas à pasta devido à presença de agregados. A única forma de reproduzir esse nível de tensões de corte no processo de mistura em pastas de cimento, e, portanto, ter a homogeneidade de mistura desejável, é efetuar misturas a velocidades elevadíssimas em pastas de cimento (nas quais não há agregados) (Williams et al., 1999).

Face ao exposto a ASTM (American Society for Testing and Materials) desenvolveu a norma C1738 (2011), na qual é apresentado o procedimento de mistura a adotar, quando realizado com recurso a uma misturadora de alta velocidade. Neste procedimento o cimento é adicionado à água durante 60 segundos com a misturadora a trabalhar a uma velocidade de 4000 rpm. Depois

da adição do cimento à água, a pasta é inicialmente misturada durante 30 segundos a 12000 rpm. Após esta mistura inicial, a pasta passa por um período de repouso com 150 segundos de duração. Terminado o período de repouso, a pasta é novamente misturada durante 30 segundos a 12000 rpm.

O procedimento desenvolvido, tem por base esta norma, tendo sido efetuadas algumas adaptações. A adição faseada do cimento na água não seria exequível com o equipamento utilizado pelo que se optou por adicionar a água ao cimento de uma só vez antes da mistura. O instante em que o cimento entra em contacto com a água foi definido como o ‘tempo zero’ para cada mistura. Todos os resultados nesta dissertação serão analisados com base nesse referencial de tempo.

Como a velocidade de trabalho do agitador estava limitada a um máximo de 2000 rpm, a velocidade adotada para a mistura teve de ser inferior à preconizada na norma, tendo sido fixada nas 1500 rpm. A grande diminuição da velocidade de mistura, em relação à sugerida na norma foi compensada pelo aumento dos tempos de mistura, de 30 para 60 segundos. O procedimento de mistura adotado, com gamas de velocidade e equipamento semelhantes ao utilizado por Maia et al. (2012), encontra-se esquematicamente descrito na Figura 21.

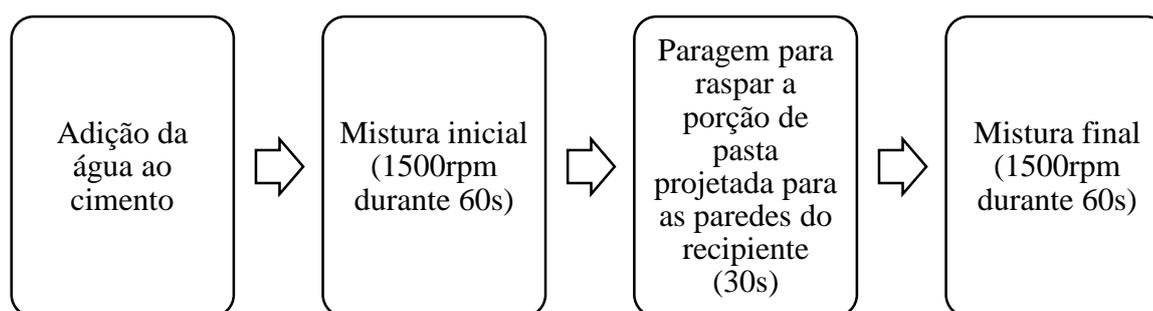


Figura 21 – Protocolo de mistura adotado

As misturas foram realizadas numa sala onde a temperatura não era controlada, tendo-se registado variações entre os 19 e os 24 °C.

3.3. Ensaio de Vicat

O ensaio de Vicat permite a aferição dos instantes de início e fim presa. Por este motivo se consideram importantes os resultados deste ensaio, no âmbito desta dissertação, na medida em que se pretende verificar a capacidade dos restantes métodos em estudo para identificar alterações nas propriedades mecânicas das pastas, nesta fase inicial de desenvolvimento.

Segundo a norma EN 196-3 (CEN, 2005) o início de presa é estabelecido quando a agulha penetrar na amostra até 6 ± 3 mm do fundo. Tendo o molde troncocónico onde foi colocada a amostra uma altura de 37 mm, a presa inicial foi definida quando a agulha penetra na amostra uma profundidade de 31 mm. O fim de presa é determinado no instante em que a agulha tem uma penetração na amostra de apenas 0.5 mm.

Os ensaios tiveram lugar numa câmara climática com temperatura constante de 20 ± 1 °C, para onde as amostras foram transferidas, aproximadamente 15 minutos após o ‘tempo zero’, os resultados são apresentados na Figura 22.

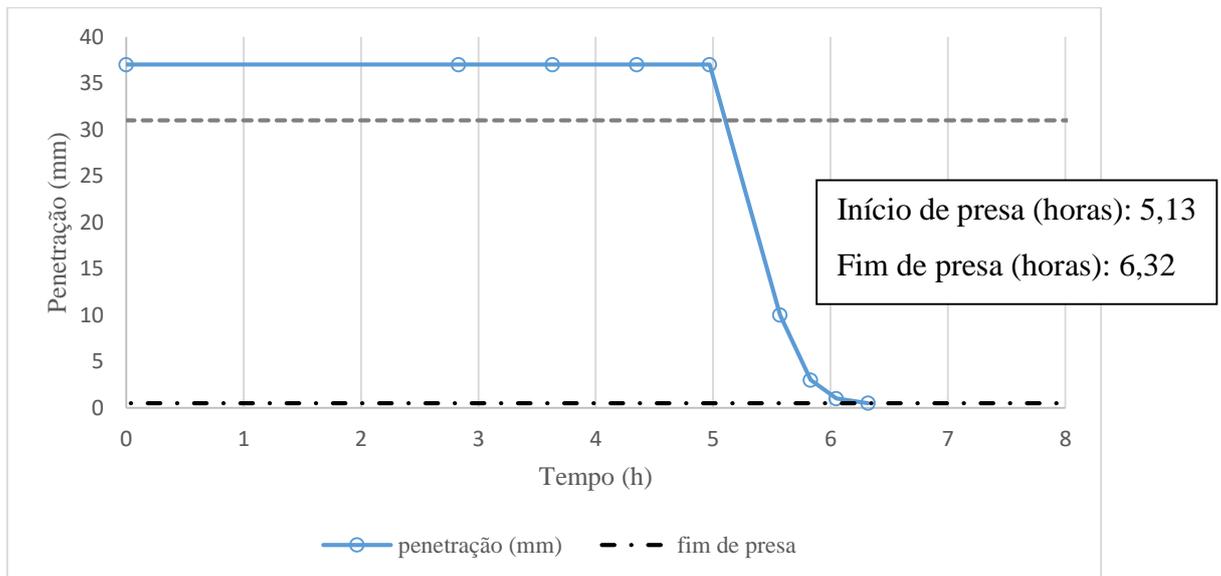


Figura 22 – Evolução da penetração da agulha ao longo da cura das pastas de cimento com a identificação dos instantes de início e fim de presa

3.4. Ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude

Existem várias técnicas que permitem medir a evolução das propriedades reológicas de materiais cimentícios durante o estado fresco. No entanto, a maior parte delas, foca-se no estudo de propriedades como a viscosidade ou a tensão de cedência (Ferraris, 1999; Roussel, 2005).

Estes estudos, embora tenham grande interesse prático, são destrutivos sendo necessária imposição do escoamento do material. Dentro dos ensaios reológicos, a metodologia de ensaio tipicamente utilizada no estudo da evolução microestrutural dos materiais é o ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude (Sun et al., 2006).

O ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude é uma técnica reológica capaz de fornecer informações sobre as propriedades viscoelásticas dos materiais.

Neste método dinâmico os módulos de distorção elástico e dissipativo são obtidos aplicando uma deformação ao material em estudo e medindo a correspondente tensão (Schultz e Struble, 1993). Se a amplitude de deformação e a frequência a que a deformação é oscilada apresentarem valores suficientemente baixos, a microestrutura do material não é perturbada, permitindo estudar as suas propriedades intrínsecas e a sua evolução (Nachbaur et al., 2001).

O presente estudo é focado na avaliação das propriedades viscoelásticas de pastas de cimento nas muito primeiras idades, nomeadamente, no período compreendido entre o fim de mistura e o tempo de presa inicial.

3.4.1. Equipamento e procedimentos

Os testes oscilatórios foram realizados com recurso ao reómetro MCR-300 da Anton Paar Physica (Figura 23) semelhante ao utilizado por Billberg (2011) também no estudo de pastas de cimento. A geometria usada no reómetro foi a geometria em forma de cruz, para evitar que ocorresse o escorregamento entre a amostra em ensaio e o instrumento de medição. Este fenómeno foi estudado por Saak et al. (2001) comparando os valores de tensão de cedência de uma pasta de cimento obtidos recorrendo à geometria de cilindros coaxiais com paredes lisas e à geometria em cruz. A tensão de cedência obtida com a geometria de cilindros coaxiais de paredes lisas foi cerca de metade da obtida com a geometria em cruz, evidenciando a ocorrência de escorregamento entre o material e as paredes lisas do cilindro.



Figura 23 - Reómetro MCR-300 da Anton Paar Physica

Como a geometria adotada não foi uma geometria convencional, como a geometria de pratos paralelos, de cilindros coaxiais ou cone e prato, foi necessária a aplicação de procedimentos de calibração. Para a calibração da cruz foi utilizado um silicone por ser um fluido simples (newtoniano). A viscosidade do silicone foi medida com a geometria de cilindros coaxiais e o valor obtido usado para calibrar o procedimento baseado na geometria em cruz. O reómetro estava ainda equipado com um sistema para controlo de temperatura através da circulação de água, pelo que as amostras testadas foram mantidas a uma temperatura de 20 ± 0.5 °C no decorrer dos ensaios.

Os copos utilizados nos ensaios foram obtidos a partir de seringas de 100 ml, por apresentarem dimensões compatíveis com o reómetro. O interior dos copos foi revestido por uma camada de lixa para evitar o escorregamento na interface entre o material e as paredes do copo (Figura 24). Todos os ensaios foram realizados em amostras frescas, tendo sido iniciados cerca de 7 minutos após o ‘tempo zero definido’ na secção 3.2.



Figura 24 – Copo de ensaio

Com o objetivo de definir o domínio de deformação e frequência para as quais a pasta de cimento apresenta uma resposta linear às solicitações foram executados dois procedimentos (Schultz e Struble, 1993; Nachbaur et al., 2001; Sun et al., 2006):

- Primeiro, um varrimento em deformação para determinar a deformação crítica. Durante o varrimento em deformação foi utilizada uma frequência de 1 Hz. A deformação variou numa gama de 0.0001 a 100 %, sendo obtidos 5 pontos por década. Mediram-se os módulos tangenciais e o valor de deformação crítica foi determinado como o valor a partir do qual os módulos começam a decrescer.
- Em segundo lugar, foi determinado o valor da frequência crítica através de um varrimento em frequência. Durante o varrimento em frequência, a pasta foi sujeita a uma deformação oscilatória de amplitude constante com um valor inferior ao determinado no passo anterior. A frequência variou numa gama de 0.1 a 100 Hz, sendo obtidos 5 pontos por década. O valor da frequência crítica foi determinado como a frequência a partir da qual se regista um decréscimo nos módulos.

Tendo por base os valores de frequência e deformação críticos da pasta de cimento, foram então realizados ensaios de corte oscilatório a baixa amplitude. Após a colocação das amostras no reómetro, estas foram acondicionadas pela aplicação de um protocolo semelhante ao adotado por Bénard et al. (2005). Este protocolo de acondicionamento consistiu na aplicação de uma deformação de grande amplitude (5 %) e frequência (8 Hz) durante 45 s, com o objetivo de remover possíveis tensões induzidas durante a transferência da pasta do recipiente de mistura para o copo de ensaio e melhorar a reprodutibilidade das condições iniciais de ensaio. As medições foram iniciadas logo após o acondicionamento das amostras.

3.4.2. Resultados dos varrimentos em deformação e frequência

São agora apresentados na Figura 25, os resultados de um varrimento em deformação efetuado.

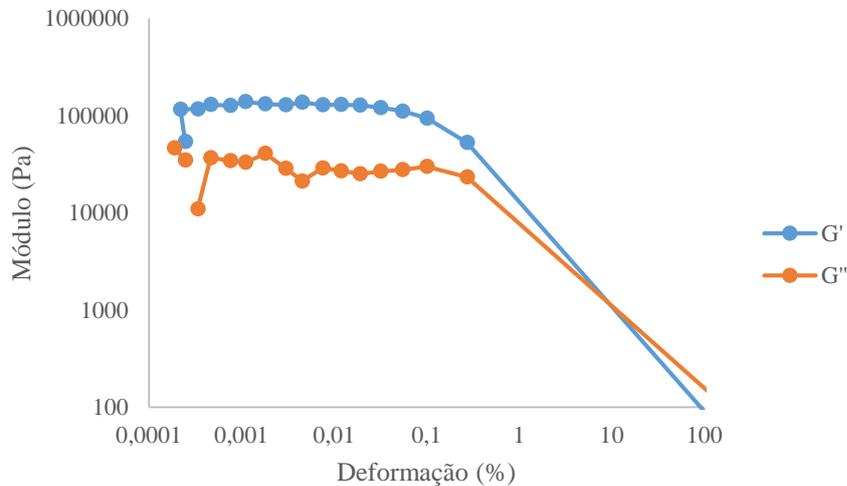


Figura 25 - Varrimento em deformação (0.0001 – 100 % com frequência fixa de 1 Hz)

Durante o varrimento em deformação a microestrutura da pasta de cimento é capaz de recuperar elasticamente enquanto a deformação é oscilada, até que uma certa amplitude de deformação é atingida (deformação crítica). Abaixo desta amplitude o material apresenta um comportamento elástico e o módulo G' é independente da deformação. Acima da deformação crítica as partículas não são capazes de recuperar elasticamente, verificando-se um decréscimo no módulo elástico (G') e uma perda da integridade estrutural do material (Schultz e Struble, 1993).

Como pode ser observado no gráfico, o módulo elástico mantém-se relativamente constante até que a amplitude de deformação atinge o valor de aproximadamente 0,05%. Este decréscimo é representativo da ocorrência de destruição microestrutural, decorrente da incapacidade das partículas de cimento para recuperar elasticamente da deformação imposta.

O valor obtido é da mesma ordem de grandeza dos valores obtidos por Schultz e Struble (1993) e Nachbaur et al. (2001) no mesmo tipo de teste, realizados em pastas com diferentes razões água ligante e diferentes tipos de cimento, onde rondou os 0,03 %.

Com base nestes resultados a amplitude de deformação adotada nos ensaios de corte oscilatório a baixa amplitude foi de 0.01 %.

Seguidamente, são apresentados os resultados de um varrimento em frequência (Figura 26).

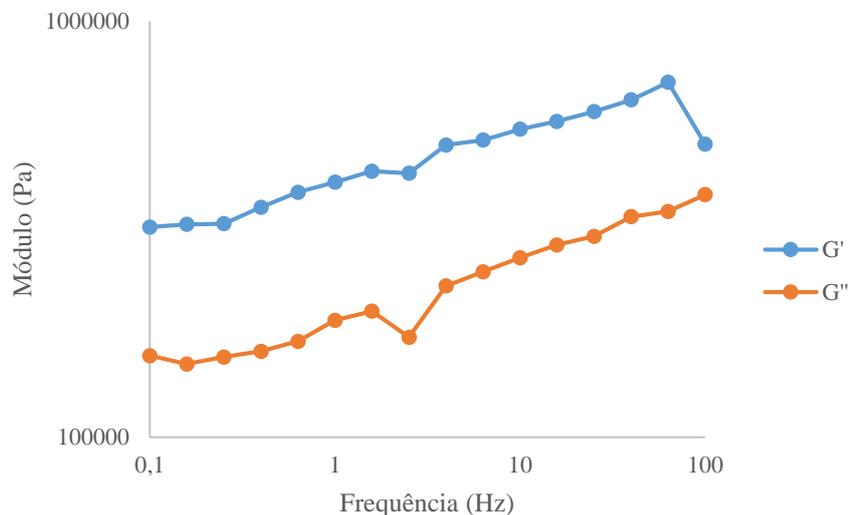


Figura 26 - Varrimento em frequência (0.1 – 100 Hz com deformação fixa de 0.001 %)

A microestrutura do material necessita de um tempo de recuperação suficiente para relaxar e libertar energia durante a oscilação. Isto requer que a frequência aplicada seja inferior a determinado valor (frequência crítica) para que não exista tensão ou energia residual durante o período de teste (Schultz e Struble, 1993).

Observando os resultados do varrimento podemos verificar que existe um decréscimo acentuado do módulo elástico (G') quando a frequência a que a deformação é oscilada atinge valores próximos de 60 Hz. Este decréscimo indica que a este nível de frequência a microestrutura já não consegue relaxar as tensões aplicadas entre oscilações e a tensão residual acumulada leva a estrutura do material à cedência.

Atendendo a estes resultados e a experiencias anteriores realizadas em pastas de cimento (Schultz e Struble, 1993 e Nachbaur et al., 2001) a frequência escolhida par os ensaios de corte oscilatório a baixa amplitude foi de 1 Hz.

3.4.3. Resultados e discussão

Apresentam-se agora os resultados de dois ensaios de corte oscilatório a baixa amplitude, de duas amostras de pasta de cimento. A duração do ensaio foi escolhida com o valor de 6 horas a partir do tempo zero por ser inferior ao tempo final de presa determinado através do ensaio de Vicat. No final das seis horas a pasta de cimento ainda apresentou uma rigidez suficientemente baixa para permitir que o instrumento de medição fosse removido sem o danificar.

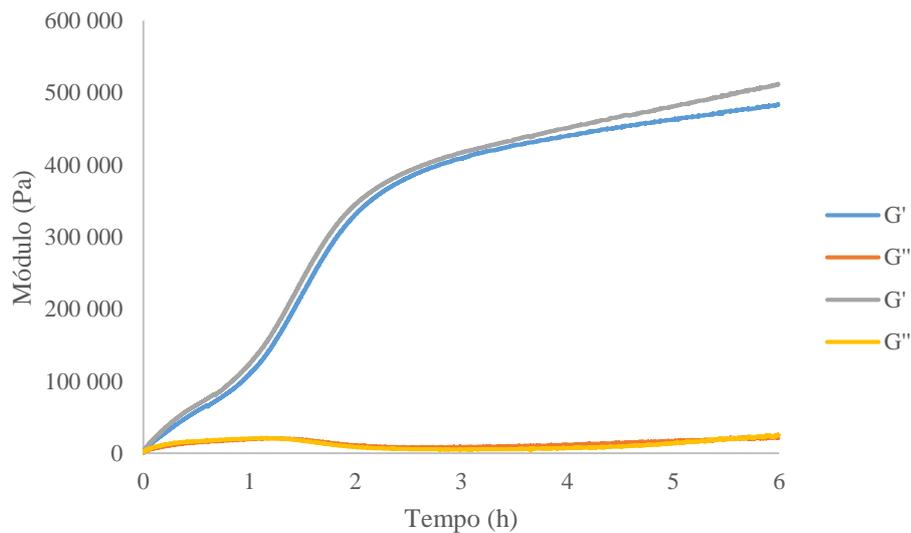


Figura 27 - Ensaios oscilatórios de baixa amplitude com 6 horas de duração (frequência e deformação fixas, 1 Hz e 0.01 % respetivamente).

Atentando na Figura 27, pode observar-se uma grande evolução do módulo elástico nas horas iniciais de hidratação. Esta evolução pode ser dividida em duas fases. A primeira fase ocorre durante a primeira hora após a mistura, onde é registado um crescimento inicial de pequena magnitude com tendência a abrandar com o tempo. A segunda fase é caracterizada por uma evolução acentuada do módulo elástico. A máxima evolução ocorre no período compreendido entre a primeira e a segunda hora de ensaio. Depois das duas horas de ensaio a taxa de crescimento do módulo elástico abranda drasticamente. Champenois et al. (2013) observou uma cinética de evolução semelhante na sua investigação (Figura 28) em cimento de sulfoaluminato de cálcio.

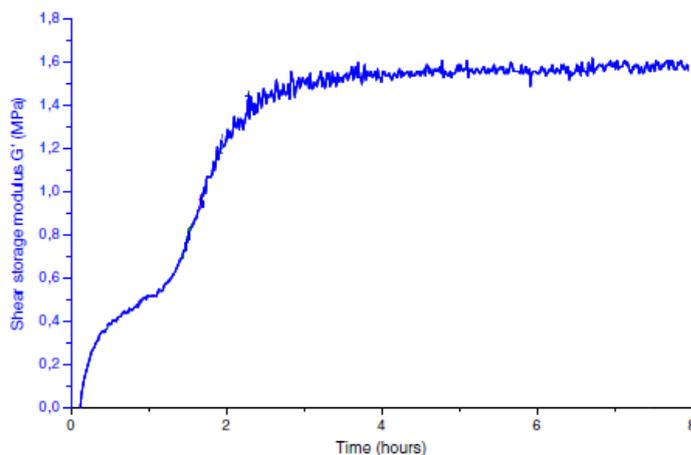


Figura 28 – Evolução do módulo G' (Adaptado de Champenois et al. (2013))

O módulo dissipativo teve uma evolução pouco relevante, mantendo-se sensivelmente constante ao longo de todo o ensaio.

3.1. Ensaio EMM-ARM

O ensaio EMM-ARM é uma técnica baseada na identificação modal da primeira frequência de ressonância em flexão de uma viga, que permite a medição do módulo de elasticidade de forma ininterrupta desde o fim da betonagem (Maia, Azenha, Faria e Figueiras 2011). Na sua versão aplicada ao estudo de pastas de cimento, a viga de ensaio é constituída por um molde tubular de acrílico preenchido pelo material em teste. O ensaio decorre com colocação da viga mista em sistema estrutural em consola, com medição de acelerações na extremidade da consola. O método pressupõe ainda que a viga seja excitada apenas por ruído ambiente, que pode ser considerado ruído branco.

3.1.1. Equipamento e procedimentos

O procedimento de ensaio utilizado foi o EMM-ARM na sua variante para aplicação em pastas de cimento, introduzido por Azenha (2009).

O molde consiste num tubo de acrílico de 20 mm de diâmetro exterior e 16 mm de diâmetro interior com um 550 mm de comprimento. Como o módulo de elasticidade estimado é bastante sensível a pequenas variações de geometria, todos os tubos utilizados foram medidos com recurso a um paquímetro digital com precisão de 0.01 mm para aferição das suas reais dimensões.

O acelerómetro utilizado na medição das vibrações da viga tem uma sensibilidade de 1000 mV/g e uma massa de 23.25 g. O equipamento utilizado para estabelecer a comunicação entre o acelerómetro e o computador foi um NI9233 da “*National Instruments*”, que possui uma frequência máxima de amostragem de 50 kS/s, uma resolução de 24 bits e funciona numa gama de ± 5 V.

No decorrer dos ensaios, a viga encontrou-se encastrada numa das suas extremidades garantindo um vão de 450 mm. Foi colocada uma ventoinha na proximidade da viga de ensaio de forma a aumentar a intensidade das vibrações ambientais e facilitar o processo de identificação modal (J. L. Granja, 2011). O esquema de ensaio está representado na Figura 29. Refere-se ainda que os ensaios foram realizados numa câmara climática com temperatura controlada a $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.



Figura 29 – Ensaio EMM-ARM

Foram realizados dois ensaios em amostras da pasta de cimento descrita na secção 3.1 (Amostras A e B). Os ensaios iniciaram-se em menos de 20 minutos após o ‘tempo zero’, e decorreram durante período de 7 dias, dentro de uma sala climatizada a $20 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

Os parâmetros de ensaio usados para identificação modal encontram-se sumarizados na Tabela 4. Os símbolos ϕ_i e ϕ_e representam, respetivamente, os diâmetros interno e externo do molde de acrílico, l o comprimento de encastramento, \bar{m} a massa distribuída ao longo da viga, para a qual contribui o peso do molde e do material que o preenche, m_p a massa concentrada na extremidade da consola (acelerómetro e tampa) e $E_{acrílico}$ o módulo de elasticidade do acrílico.

Tabela 4 – Parâmetros utilizados na transformação das frequências em módulos

	Amostra A	Amostra B
ϕ_i (mm)	16.1	16.06
ϕ_e (mm)	20.07	20.1
l (mm)	450	450
\bar{m} (kg/m)	0.5149	0.5145
m_p (kg)	0.0251	0.0246
$E_{acrílico}$ (GPa)	4.11	4.11

Os dois ensaios foram realizados em períodos diferentes, pelo que os resultados obtidos reforçam a repetibilidade do método EMM-ARM bem como dos procedimentos de dosagem e mistura das pastas. Salienta-se ainda que o ensaio de Vicat descrito na secção 3.3, foi realizado em pasta da mesma amassadura da Amostra A, pelo que será feita à frente uma confrontação dos resultados obtidos com estas diferentes técnicas.

3.1.2. Resultados e discussão

Os resultados obtidos para as duas amostras ensaiadas encontram-se representados na Figura 30 em termos da frequência de ressonância da viga em ensaio. Na Figura 31 estão representados os resultados em termos de módulo de elasticidade.

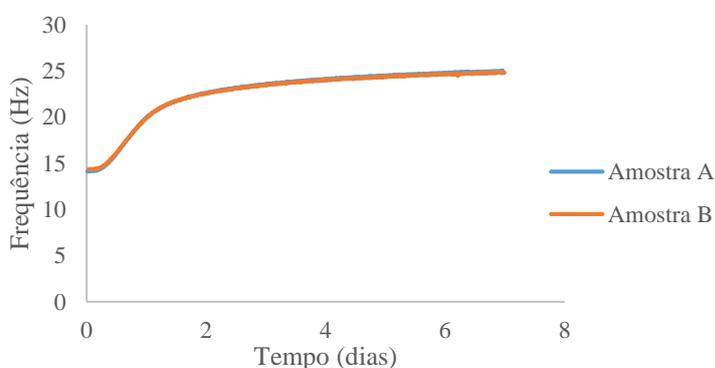


Figura 30 - Evolução das frequências

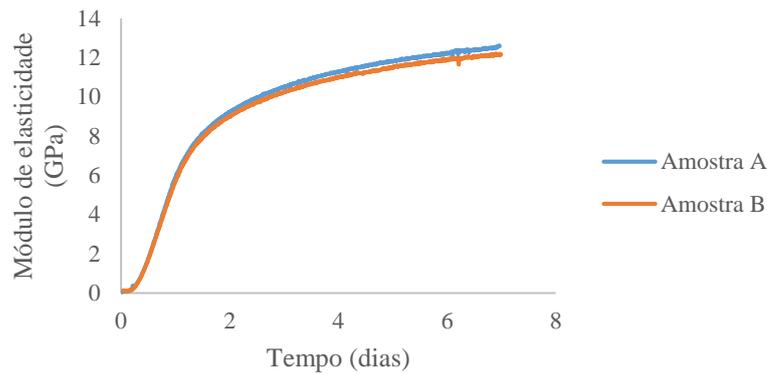


Figura 31 - Evolução dos módulos de elasticidade baseada nas frequências de vibração

Na Figura 30 pode verificar-se que uma gama ampla de frequências é coberta durante a cura das pastas de cimento, variando de 14 Hz no início do ensaio para 25 Hz no final. As curvas de evolução apresentam um período inicial onde a frequência permanece quase inalterada. Este período tem a duração de aproximadamente 4 horas. Após este patamar as frequências passam por uma fase de crescimento acentuado que culmina aos dois dias de idade. A partir dos dois dias de idade a taxa de crescimento abranda drasticamente.

O aumento da frequência de vibração da viga é reflexo do aumento da sua rigidez em flexão. Por sua vez, o aumento da rigidez em flexão da viga resulta do aumento do módulo de elasticidade da pasta durante a hidratação do cimento. Por esta razão, como pode ser observado na Figura 31, as evoluções dos módulos e frequências apresentam trajetórias muito semelhantes.

É agora dada ênfase aos resultados do ensaio EMM-ARM obtidos na amostra A durante as primeiras horas de hidratação da pasta de cimento e feita a confrontação de resultados com os obtidos no ensaio de Vicat realizados em pasta da mesma amassadura (Figura 32).

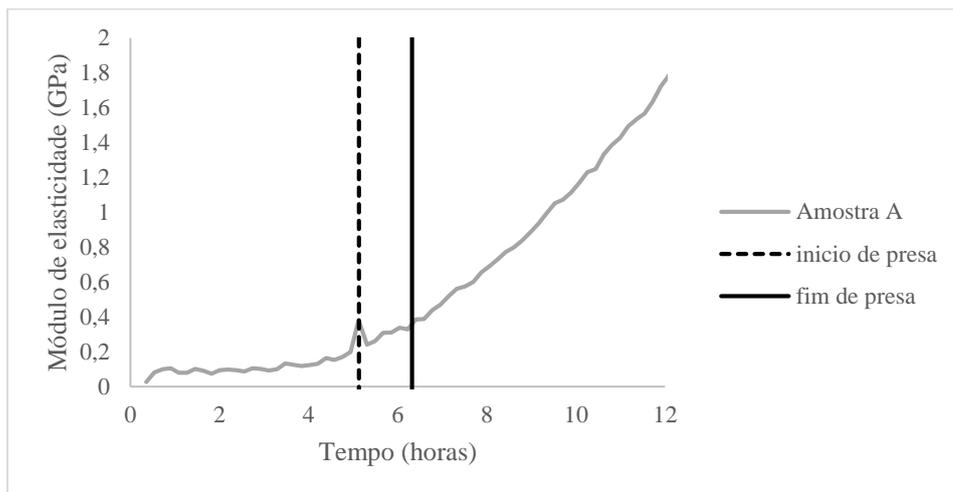


Figura 32 – VEMM-STIFF vs. Vicat

Logo após a mistura a pasta é uma suspensão de partículas de cimento em água, pelo que a sua contribuição para a rigidez da viga compósita pode ser considerada negligenciável. No entanto como é possível observar na Figura 32 o módulo de elasticidade da pasta de cimento apresenta no início do ensaio o valor de aproximadamente 0.03 GPa. Este problema de resolução da metodologia EMM-ARM no período que antecede o instante de presa inicial já foi reportado por Maia et al. (2012). A resolução do método revela-se satisfatória, apenas após o início de presa, período no qual se verifica uma grande evolução no módulo de elasticidade.

CAPÍTULO IV

PROPOSTA DE UMA NOVA METODOLOGIA DE ENSAIO

Com este capítulo pretende fazer-se uma introdução ao método proposto no contexto da presente dissertação para avaliação de materiais cimentícios em estado fresco com base em análise de vibrações, e apresentar as adaptações e melhorias relativamente ao primeiro protótipo. Pretende-se ainda discutir os resultados obtidos com a pasta de referência integrando na discussão os resultados das técnicas apresentadas no capítulo 3.

4.1. Enquadramento

O método estudado na presente dissertação deriva de um conjunto de estudos preliminares realizados pela equipa de orientação, que já foram objetivo de publicação em Granja (2016). Os referidos estudos preliminares decorreram da necessidade de dar apoio a uma obra na definição da velocidade de movimentação de cofragens deslizantes, com base na crescente rigidez do betão na vizinhança do instante de presa.

O princípio em que assenta este método pode ser descrito com base na observação da Figura 33. O sistema experimental consiste na monitorização contínua da frequência de ressonância de uma barra parcialmente embebida no material em estudo. O endurecimento do material ao longo do período de cura altera as condições de apoio da barra e, como consequência, a sua frequência de ressonância. A frequência de ressonância é estimada com recurso à informação colhida com um acelerómetro fixado na extremidade livre da barra, com um procedimento idêntico ao do ensaio EMM-ARM apresentado na secção 2.6.2. Assinala-se também que a barra se encontra fixa ao molde numa das suas extremidades de forma a que esteja bem posicionada aquando da colocação do betão.

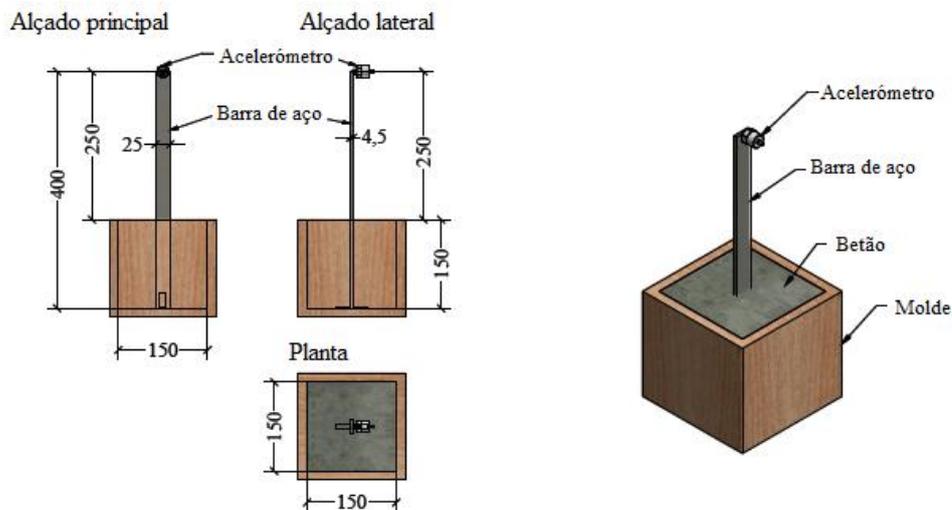


Figura 33 – Protótipo utilizada no estudo de betão (dimensões em mm)

Nos protótipos iniciais (Figura 33), o provete em estudo era um cubo com 15 cm de aresta e a barra tinha 40cm de comprimento total (15cm embebidos no betão e 25cm livres em consola).

Em Granja (2016), está reportada uma campanha experimental piloto, onde foram realizados duas rondas de testes idênticas, para aferição da aplicabilidade do método, da sua repetibilidade e da influência da geometria da barra de ensaio (Tabela 5).

Tabela 5 – Dimensões estipuladas para as barras

Nomenclatura	Comprimento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)
SM2-25	400	25	2
SM4.5-25	400	25	45
SM4.5-15	300	25	45

Cada geometria foi ensaiada pelo menos duas vezes, os resultados obtidos são apresentados na Figura 34.

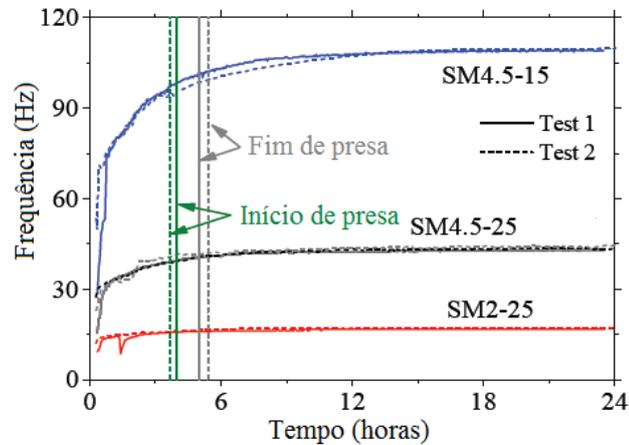


Figura 34 – Campanha experimental piloto (Granja, 2016)

Os ensaios realizados com geometrias semelhantes apresentaram uma boa coerência, reforçando a repetibilidade do método. Nesta campanha de testes foi possível perceber que independentemente da geometria escolhida o método só deteta evoluções da frequência enquanto o betão apresenta uma rigidez baixa (em estado fresco). Percebeu-se ainda, com base nos resultados, que a gama de frequências coberta durante os ensaios aumenta com o aumento da inércia da barra, ficando claro que a geometria SM4.5-15 é a que apresenta maior resolução.

No âmbito desta dissertação, esta metodologia foi estudada em pastas de cimento. As razões que justificam a opção de realizar os ensaios em pastas de cimento, em detrimento do betão, são agora enumeradas:

- Maior facilidade de ensaio;
- Mais acessível comparação com os restantes métodos reológicos estudados;
- Maior simplicidade na interpretação de resultados (menos constituintes, menor número de variáveis a considerar);
- Maior homogeneidade nesta escala de ensaio (Voigt et al, 2003).

4.2. Ensaios preliminares

Com o propósito aferir a aplicabilidade do método em pastas de cimento, a repetibilidade do mesmo e identificar possíveis problemas no esquema inicial de ensaio, foi realizado um conjunto de ensaios preliminares que se detalham nesta secção.

4.2.1. Configuração de ensaio e metodologia

A metodologia adotada nos ensaios preliminares seguiu princípios semelhantes à aplicação inicial do método descrita em 4.1. A principal alteração prendeu-se com a diminuição das dimensões do molde, possibilitada pela ausência de agregados. O molde utilizado nos ensaios preliminares, detalhado na Figura 35, consistia numa base em placa de madeira envernizada (para evitar a absorção da água de mistura), à qual foram coladas placas de poliestireno extrudido, de forma a que o provete de ensaio tivesse as dimensões de um cubo com 40 mm de aresta, dimensões comuns no estudo de provetes de pasta de cimento, semelhantes às da norma EN 1015-11 (CEN, 1999).

A barra metálica apresentava 10 mm de largura, 120 mm de comprimento e 2 mm de espessura. As dimensões da barra foram definidas com base no cálculo das vibrações de uma barra encastrada (Equação 15 (Clough e Penzien, 1995)), em primeiro lugar no molde (situação em que a rigidez da pasta não teria influência na rigidez da barra) e depois na pasta (situação em que a pasta já apresenta uma rigidez considerável) de forma a garantir uma gama de variação ampla entre as duas situações.

$$\omega_1 = (1.875)^2 \sqrt{\frac{EI}{\bar{m}L^4}} \quad \text{Equação 15}$$

Em que:

ω_1 é a frequência do primeiro modo de vibração da viga (rad/s);

E é o módulo de elasticidade da barra;

I é a inércia da barra;

\bar{m} a massa distribuída por unidade de comprimento;

L é o comprimento da barra em consola (120 mm quando considerada encastrada no molde e 80 mm quando encastrada na pasta).

O encastramento da barra metálica ao molde foi garantido com duas cantoneiras aparafusadas ao molde, e aparafusadas entre si com interposição da barra (com furação adequada).

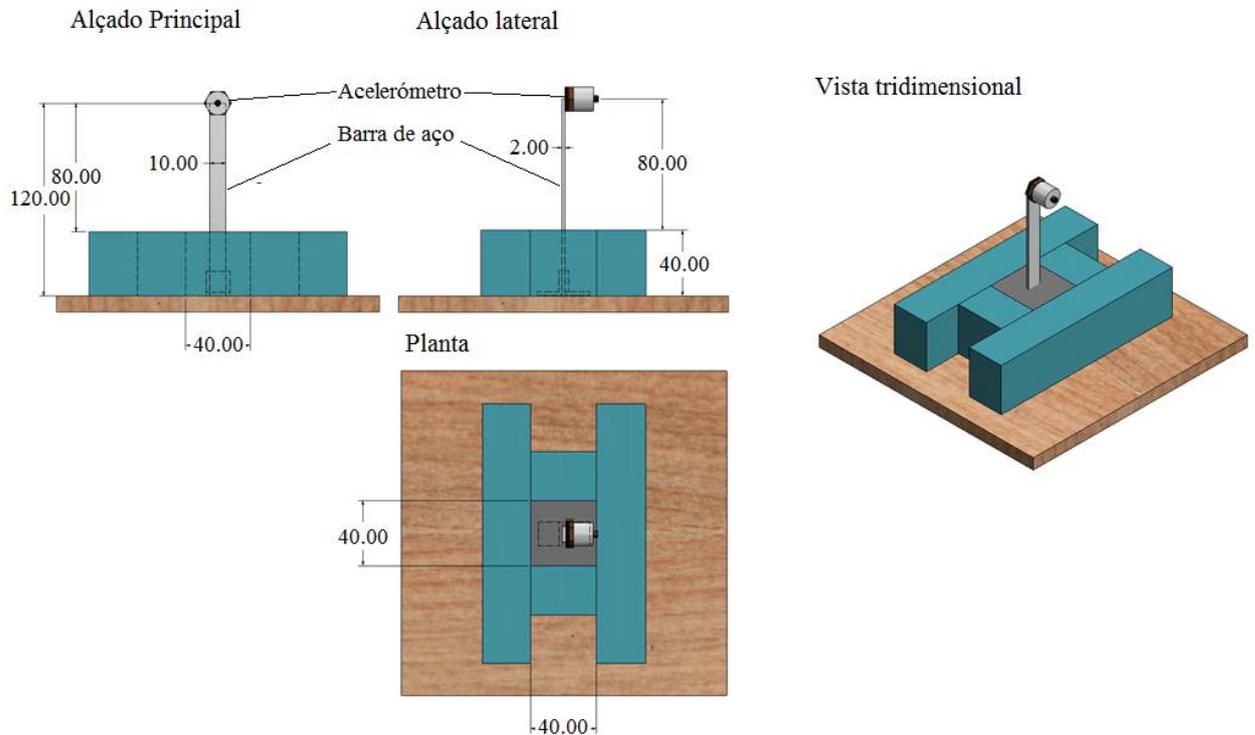


Figura 35 – Molde do ensaio preliminar (dimensões em mm)

A extremidade livre da barra foi instrumentada com um acelerómetro para medição das vibrações. O acelerómetro utilizado na medição das vibrações da barra tem uma sensibilidade de 1000 mV/g e uma massa de 23.25 g. O equipamento utilizado para estabelecer a comunicação entre o acelerómetro e o computador foi um NI9233 da “National Instruments”, que possui uma frequência máxima de amostragem de 50 kS/s, uma resolução de 24 bits e funciona numa gama de ± 5 V. No decorrer dos ensaios, foram adquiridas séries de acelerogramas com duração de 120 segundos, a cada 10 minutos.

Nestes ensaios preliminares foram testadas amostras de pasta do cimento descrito na secção 3.1 com uma razão a/c de 0.35 em peso. No primeiro ensaio foram realizados dois provetes que podem ser observados na Figura 36, e que se identificam como Provede 1 e Provede 2. Os ensaios tiveram início cerca de 20 minutos após o ‘tempo 0’ (instante que marca o primeiro contacto entre o cimento e a água) tendo sido realizados no interior de uma câmara climatizada à temperatura de 20 ± 1 °C durante 12 horas. Foi adicionalmente colocada uma ventoinha na

proximidade da barra de ensaio, de forma a aumentar a intensidade das vibrações ambientais e facilitar o processo de identificação modal. Refere-se ainda que estes moldes não são reutilizáveis.



Figura 36 – Ensaio preliminares

Como o objetivo era a comparação direta dos dois ensaios, estando os dois provetes nas mesmas condições, não se colocou, por simplificação, nenhuma membrana de cura, que seria necessária pois neste caso a evaporação da água ocorre rapidamente.

4.2.2. Resultados e discussão

Apresentam-se os resultados dos ensaios preliminares na Figura 37, onde se pode observar a evolução da frequência de ressonância identificada ao longo do tempo.

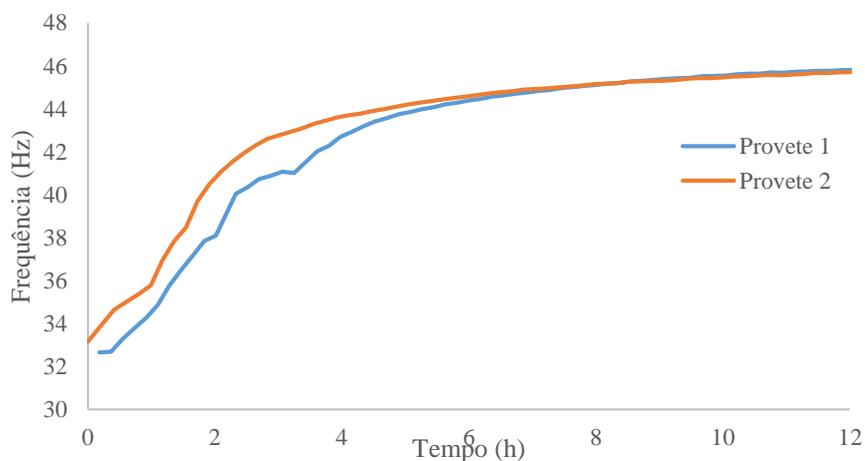


Figura 37 – Resultados dos ensaios preliminares

Na Figura pode-se observar um aumento acentuado das frequências de vibração das barras desde o início do ensaio até cerca das três horas de idade. A partir das três horas de idade, regista-se um abrandamento progressivo no crescimento das frequências. Note-se que durante o ensaio é coberta uma ampla gama de frequências, desde 33 Hz no início do ensaio até aproximadamente 46 Hz ao fim de 12 horas. A discrepância entre os resultados obtidos nos provetes 1 e 2 será provavelmente devida a imperfeições geométricas, particularmente ao nível da superfície superior do provete de pasta de cimento.

Mesmo que sejam acauteladas medidas de proteção superficial da pasta de cimento (por exemplo com membrana plástica), evitando a evaporação da água, e garantindo cura adequada, não é possível evitar a ocorrência de fenómenos de segregação que fazem com que a zona vizinha da superfície superior do provete tenha propriedades diferentes das restantes partes do provete. Com efeito, esta diferença de propriedades está essencialmente relacionada com a maior concentração de água junto à superfície que acaba por conduzir a uma matriz com maior porosidade e menor quantidade de ligante. Para além das propriedades superficiais ficarem alteradas, o assentamento das partículas de cimento (Lee et al, 1987), que difere de mistura para mistura, poderá por em causa a repetibilidade do ensaio, em virtude da sua influência sobre o comprimento de barra metálica em consola. Apesar das variações de comprimento associadas serem de ordem inferior ao milímetro, são suficientes para ter impacto sobre a gama de frequências de ressonância identificadas para a consola.

4.3. Refinamento do sistema de ensaio

Atendendo aos problemas identificados no decorrer dos ensaios preliminares e para que pudesse ser levada a cabo uma ronda sistematizada de testes foi desenvolvido um molde de ensaio.

Para o dimensionamento do molde foram tidos em conta os seguintes aspetos e correspondentes decisões:

- A posição da barra – como a superfície da pasta tende a ter maior concentração de água, com os efeitos negativos já identificados na secção anterior, optou-se por inverter a barra no provete, tornando a barra saliente a partir da face inferior;
- A espessura da barra – a espessura da barra foi aumentada de modo a torna-la mais robusta, garantindo mais potencial de reutilização sem que sofra alteração da geometria em ensaios consecutivos (por exemplo, por flexão induzida nos processos de montagem/desmontagem);

- A temperatura – como a reação de hidratação do cimento é exotérmica, o material com que o molde é executado deve ter uma boa condutibilidade térmica para evitar acumulação de temperatura, e aproximar o ensaio o mais possível de condições isotérmicas;
- Facilidade de moldagem e desmoldagem – as peças constituintes do molde devem ser desmontáveis para facilitar a desmoldagem e limpeza no final de cada ensaio, bem como a colocação da pasta.

4.3.1. Descrição e metodologia

Tendo em vista as decisões indicadas, efetuou-se a conceção de um molde metálico de montagem relativamente complexa que se descreve de seguida. Na Figura 38 é representada o modelo do molde desenvolvido (imagem tridimensional e cortes cotados) e na Figura 39 uma vista explodida.

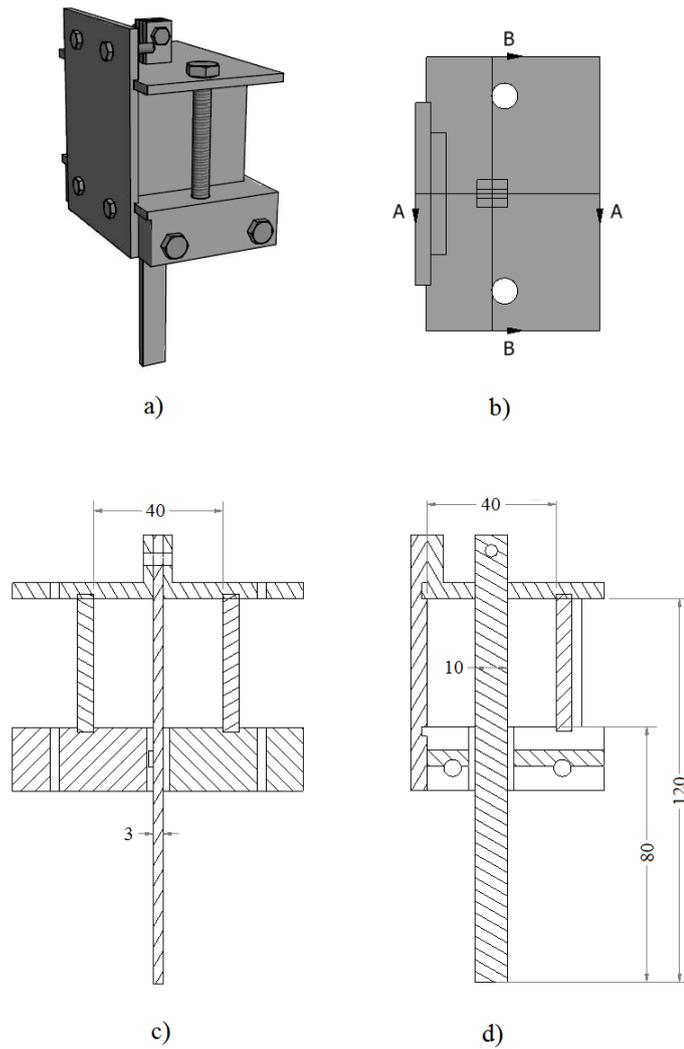


Figura 38 – a) imagem tridimensional do molde; b) Planta com identificação dos cortes A e B; c) Corte B (dimensões em mm) e d) Corte A (dimensões em mm).

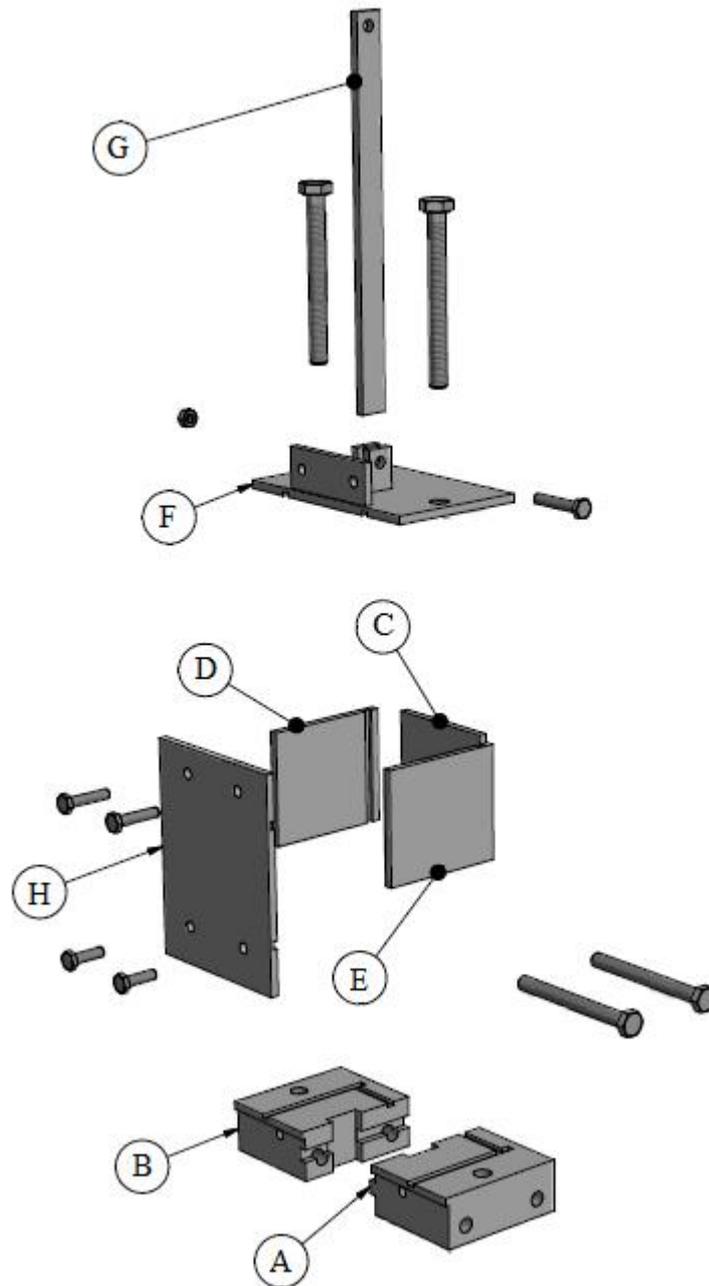


Figura 39 – Vista explodida do molde

A complexidade das peças A e B que formam a base do molde, deve-se à necessidade de existir um intervalo entre o molde e a barra (Figura 40) de forma a que o sistema estrutural se mantenha um encastramento na extremidade superior da barra.

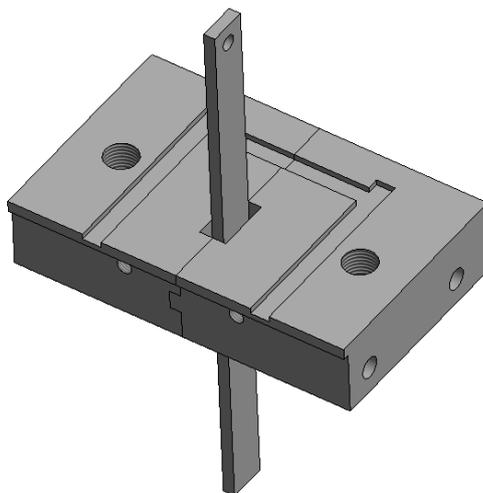


Figura 40 - Intervalo entre a barra e o molde

De modo a tornar o molde estanque foi necessário aplicar um material neste intervalo. O material a colocar deve apresentar a menor rigidez possível para não dificultar a interpretação dos resultados. De modo a satisfazer este critério e pela facilidade de aplicação, o material utilizado foi fita de calafetagem.

Apresenta-se agora na Figura 41 a sequência de montagem e preenchimento do molde.



Figura 41 – Montagem e preenchimento do molde

Descrição dos procedimentos apresentados na Figura 41 (a identificação das peças é feita de acordo com a Figura 39):

1. Colagem de uma porca na extremidade livre da barra (peça G), para suporte do acelerómetro;
2. Aplicação da fita de calafetagem na barra;
3. Ajuste da barra no centro das peças A e B que formam a base do molde e se encontram unidas por dois parafusos;

4. Colocação das peças C, D e E, às quais se sobrepõem a peça F que as fixa às peças da base (A e B) por intermédio de dois parafusos. A barra é também fixa à peça topo (F) através de um parafuso e de uma porca;
5. Previamente à colocação da pasta no molde, é colocada fita adesiva para proteger os orifícios onde serão apertados os parafusos da peça H de ficarem obstruídos;
6. A pasta é então colocada no molde e a fita adesiva removida;
7. Após este procedimento o molde é selado através da peça H unida ao molde através de 4 parafusos (2 na peça F, 1 na peça A e outro na B). Na figura é ainda possível ver um parafuso no centro da peça H. Este parafuso funciona como uma purga permitindo a saída de ar e do excesso de pasta aquando da colocação da peça H.

Depois de preenchido e selado, o molde foi transportado para a sala climática onde decorreram os ensaios. O material ensaiado e o procedimento de mistura foram os descritos nas secções 3.1 e 3.2 do capítulo 3. A metodologia de ensaio é a mesma que a adotada nos ensaios preliminares, sendo a única alteração o molde de ensaio. A alteração do molde e da disposição da barra levou ainda à necessidade de colocar o molde sobre apoios (Figura 42).



Figura 42 – Ensaio a decorrer

Os apoios apresentados na Figura 42 foram selecionados por serem bastante rígidos permitindo que as frequências detetadas na barra de ensaio não fossem perturbadas pela vibração dos apoios.

No final de cada ensaio o cubo de pasta de cimento foi quebrado e a barra reutilizada (Figura 43).



Figura 43 – Limpeza do molde

Serão apresentados, na seguinte secção, dois ensaios com duração de 24 horas, em provetes doravante designados Provete 3 e Provete 4. A duração dos ensaios foi aumentada por se ter verificado nos ensaios preliminares, expostos na secção 4.2.2, que ao fim de 12 horas ainda seria possível detetar evoluções nas frequências de ressonância da barra. De referir que o molde é único pelo que todos os ensaios decorreram em períodos diferentes.

Paralelamente à realização do ensaio do Provete 3 foi ainda monitorizada a temperatura da câmara climática e de uma amostra da mesma amassadura colocada num molde metálico com 5 cm de aresta (dimensões semelhantes às do molde desenvolvido), através de termopares tipo K (Figura 44).

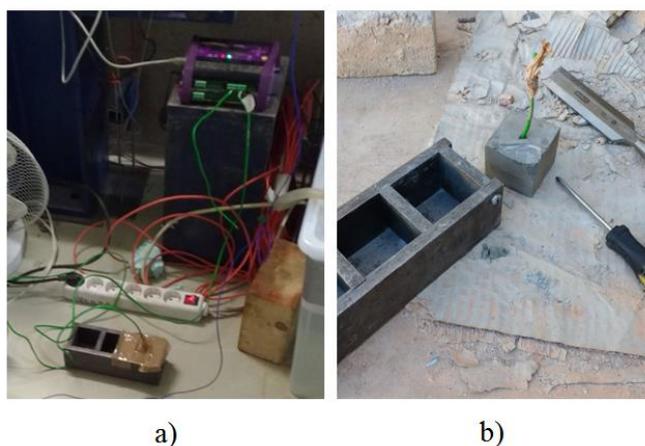


Figura 44 – a) Medição das temperaturas; b) Provete e molde.

4.3.2. Resultados e discussão

Apresentam-se agora na Figura 45, os resultados dos ensaios realizados nos provetes 3 e 4.

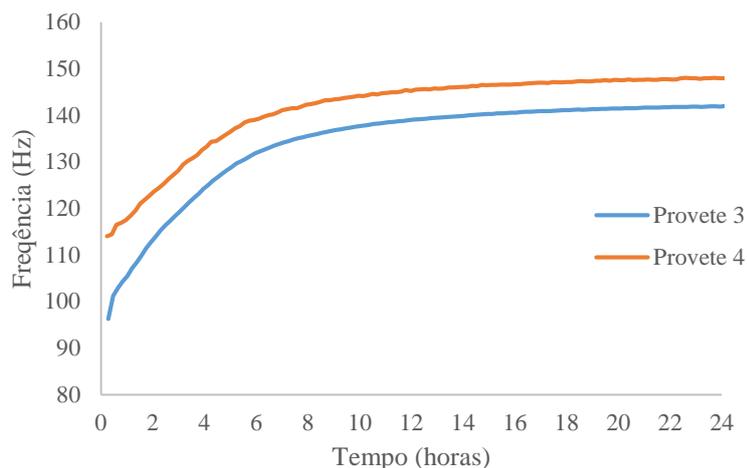


Figura 45 – Resultados obtidos com o novo molde

No gráfico pode observar-se a evolução das frequências de vibração da barra parcialmente embebida nas duas amostras ao longo das primeiras horas de cura da pasta de cimento. Analisando a evolução das frequências podemos verificar um crescimento das mesmas desde os primeiros instantes de ensaio. Este crescimento é acentuado durante as primeiras seis horas de ensaio, passando por uma fase posterior de abrandamento. De notar que embora as cinéticas de evolução das frequências sejam muito semelhantes existe um desfasamento vertical entre os resultados da ordem dos 10 Hz.

Apresenta-se na Figura 46 a evolução das temperaturas de um provete da mesma amassadura do Provete 3 e do interior da câmara climática.

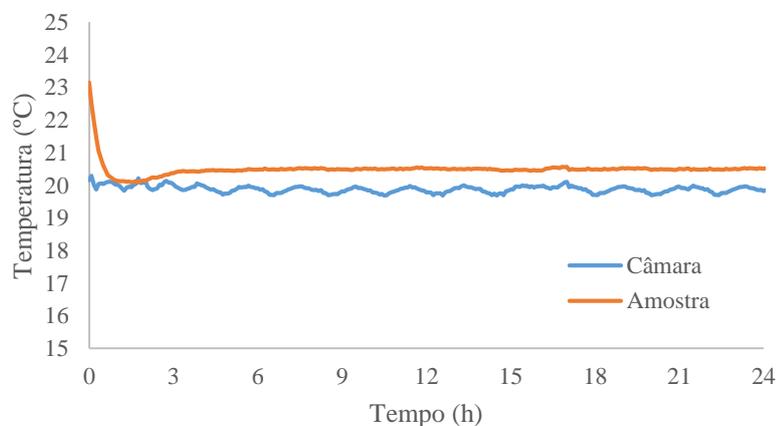


Figura 46 – Evolução da temperatura

Observando a evolução da temperatura da câmara climática ao longo do ensaio verificamos a existência de flutuações muito pequenas podendo considerar-se que a temperatura se manteve constante nos $20\pm 0.5^{\circ}\text{C}$.

Atentando agora na temperatura da amostra podemos verificar que no início do ensaio apresenta o valor de aproximadamente 23°C , justificado pela permanência na sala onde foi efetuada a mistura, na qual a temperatura não é controlada. Depois de algum tempo na câmara a temperatura da amostra desce e estabiliza a partir das 3 horas nos $20.5\pm 0.2^{\circ}\text{C}$, não se verificando nenhuma geração significativa de calor durante a hidratação do cimento.

Atendendo à discrepância verificada nos resultados dos dois ensaios (Figura 45), foram realizados ensaios com o molde em vazio, com o objetivo de perceber qual a razão por detrás da falta de repetibilidade do método.

4.3.3. Ensaio em vazio

Os ensaios em vazio foram realizados com variação de parâmetros de modo a descobrir a fonte de erro.

Variação da distância entre apoios

Nestes ensaios foi alterado o afastamento entre apoios como é possível observar na Figura 47.



Figura 47 – Ensaio efetuado com diferentes distâncias entre apoios

Foram testados 3 níveis de afastamento e os resultados são agora expostos na Tabela 6.

Tabela 6 – Resultados dos testes de variação da distancia entre apoios

Teste (n)	Teste 1	Teste 2	Teste 3
Frequência (Hz)	87.714	87.518	87.771

Os resultados obtidos nestes testes foram bastante coerentes permitindo excluir a posição dos apoios como possível causa da falta de repetibilidade.

Variação da força de aperto do parafuso que encastra a barra na peça de topo do molde

De forma a perceber a influência da força de aperto aplicada no parafuso que estabelece uma ligação rígida entre a barra e a peça de topo (Figura 48), foram realizados ensaios com variação da força de aperto. A força de aperto foi variada em 3 níveis: (i) sem aperto, (ii) aperto moderado e (iii) aperto forte.



Figura 48 – Parafuso que une a barra à peça de topo

Os resultados são agora apresentados na

Tabela 7 – Resultados dos testes à influência do aperto do parafuso

Teste (n)	Teste 1	Teste 2	Teste 3
Frequência (Hz)	81.575	87.149	88.098

Os resultados indicam que o aperto dado ao parafuso tem influência sobre a rigidez da barra como seria expectável, pelo que se deve ter em consideração (apertando sempre com a mesma intensidade) para evitar problemas de repetibilidade.

Desmontagem e montagem do molde

Efetuaram-se nesta fase ensaios 3 ensaios entre ciclos de montagem e desmontagem do molde. Em cada ensaio foi alterada a fita de calafetagem aplicada na barra. Os resultados estão expostos na Tabela 8.

Tabela 8 – Resultados dos ensaios entre montagens e desmontagens do molde

Teste (n)	Teste 1	Teste 2	Teste 3
Frequência (Hz)	88.502	86.650	85.799

Os diferentes ensaios apresentaram variações, faltando apurar a razão desta disparidade.

Desmontagem e montagem do molde sem aplicação da fita de calafetagem

Por último foram realizados 3 ensaios entre ciclos de montagem e desmontagem, agora sem a aplicação da fita de calafetagem na barra. Os resultados podem ser observados na Tabela 9.

Tabela 9 - Resultados dos ensaios entre montagens e desmontagens do molde sem fita de calafetagem

Teste (n)	Teste 1	Teste 2	Teste 3
Frequência (Hz)	66.957	67.673	67.687

Observando a Tabela 9 verificamos que sem a aplicação da fita de calafetagem se verifica uma maior convergência nos resultados, sendo esta apontada como a possível causa para a falta de repetibilidade do método. Podemos ainda ver que a fita confere bastante rigidez à barra sendo a rigidez da barra sem a fita próxima dos 67 Hz e com a fita de aproximadamente 87 Hz.

4.4. Análise integrada de resultados

Nesta secção será feita uma comparação dos resultados obtidos com os resultados das restantes metodologias estudadas, para perceber quais as potencialidades e possíveis aplicações deste método. Atendendo à falta de repetibilidade todas as comparações serão feitas com base nos resultados do ensaio do Provete 3.

4.4.1. Comparação com os resultados do ensaio de Vicat

Na Figura 49 são apresentados no mesmo gráfico os resultados de um ensaio da metodologia proposta e os resultados de um ensaio de Vicat. Embora o ensaio de Vicat não tenha sido realizado em pasta da mesma amassadura do outro ensaio, as condições de cura das pastas e a composição foram muito semelhantes.

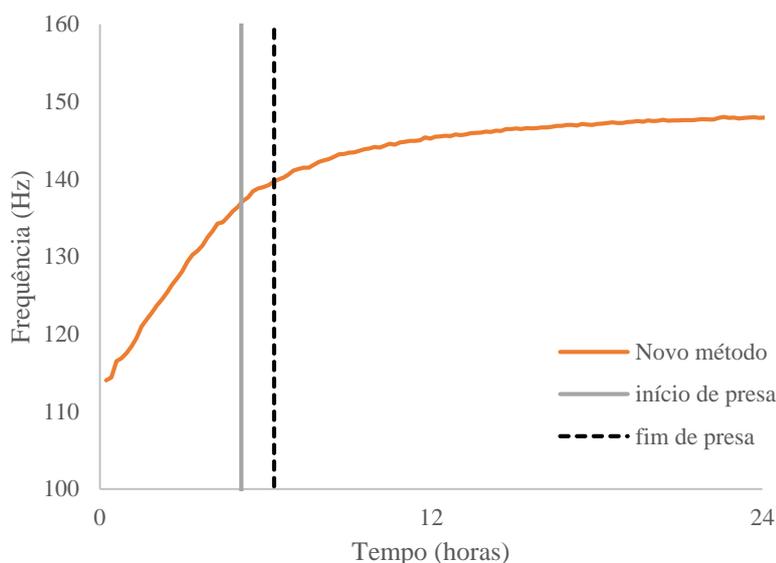


Figura 49 – Metodologia proposta vs. Vicat

Da análise da figura podemos constatar que a nova metodologia consegue detetar evoluções logo após o início do ensaio, minutos após a mistura, ao passo que o ensaio de Vicat só deteta alterações nas propriedades mecânicas da pasta em tempos muito próximos do início de presa.

Verifica-se ainda que o abrandamento no crescimento da frequência de ressonância da barra regista-se, aproximadamente, a partir do início de presa definido no ensaio de Vicat, limitando a aplicabilidade da metodologia a pastas de cimento em estado fresco.

4.4.2. Comparação com o ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude

São apresentados seguidamente na Figura 50, os resultados de um ensaio com a nova metodologia e um ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude.

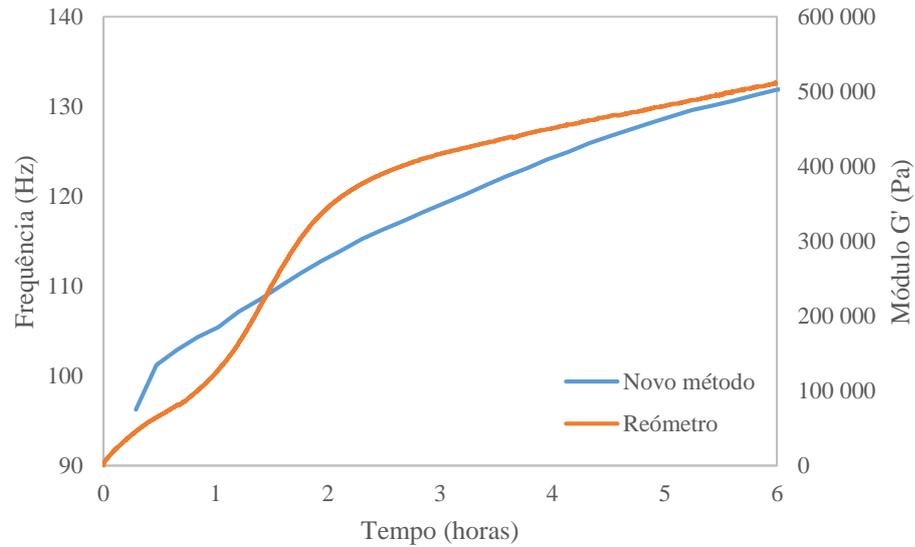


Figura 50 - Metodologia proposta vs. Reómetro

Através da observação da Figura 50 podemos constatar que tanto a frequência de vibração do método proposto como o módulo G' apresentam evoluções significativas nas primeiras horas de hidratação da pasta de cimento.

Se o facto destas grandezas evoluírem significativamente no mesmo período de tempo leva a crer que existe a possibilidade de estarem relacionadas, a sua cinética de evolução mostra que esta dependência, a existir, não será linear. A evolução detetada com o reómetro evidencia a existência de um ponto a partir do qual existe uma aceleração do crescimento do módulo G' . O novo método não identifica este ponto de transição apresentando uma taxa de evolução quase constante ao longo das seis horas iniciais de ensaio.

4.4.3. Comparação com o método EMM-ARM

Na figura que se segue (Figura 51), são confrontados os resultados de uma experiência realizada com o método proposto e um ensaio EMM-ARM durante as primeiras horas de ensaio.

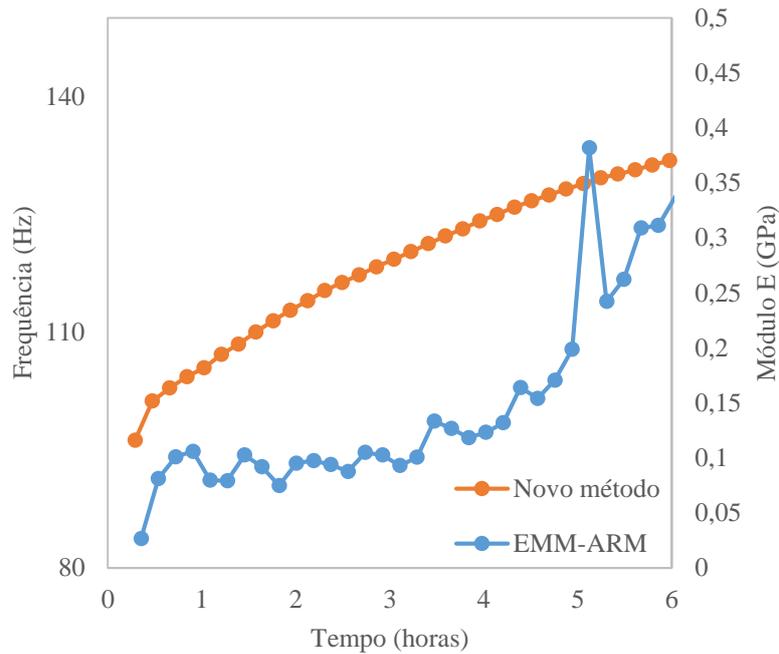


Figura 51 - Metodologia proposta vs. EMM-ARM 6 horas

Com base na Figura 51 podemos verificar que durante as primeiras horas o EMM-ARM não tem resolução suficiente para registar a evoluções do módulo de elasticidade. A metodologia proposta, em contraste, apresenta uma boa resolução desde os primeiros instantes de ensaio nos quais a pasta apresenta uma rigidez muito baixa.

A Figura 52 apresenta os resultados obtidos numa escala de tempo superior à da figura anterior e inclui os tempos de presa determinados com a agulha de Vicat com uma pasta de igual composição de forma a ajudar na interpretação de resultados.

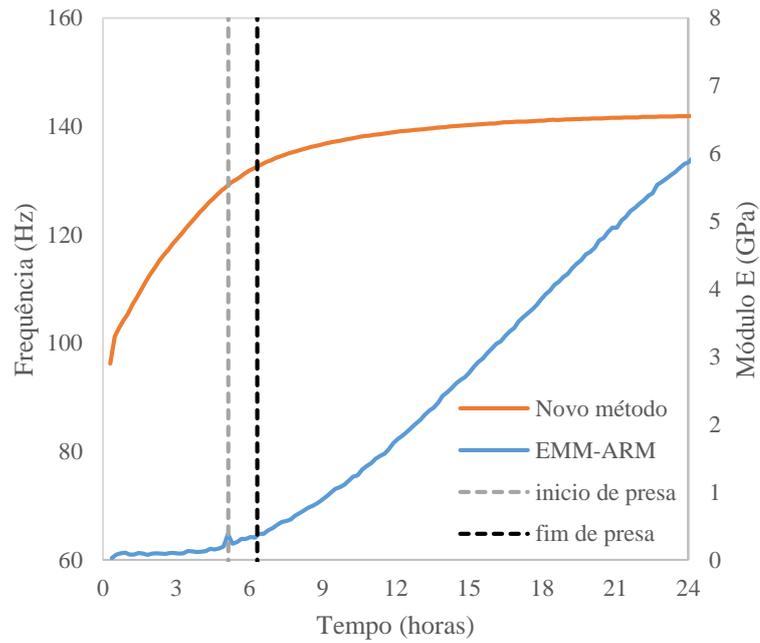


Figura 52 - Metodologia proposta vs. EMM-ARM 24 horas

Atentando nos resultados obtidos, verifica-se uma clara evolução da frequência de ressonância do novo método durante as primeiras horas, indicando que existe um aumento da rigidez da pasta desde o início do ensaio que não é identificado pelo método EMM-ARM. Após o final de presa a nova metodologia já não é capaz de detetar evoluções, ao passo que se regista no EMM-ARM um crescimento acentuado do módulo de elasticidade.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

5.1. Conclusões gerais

Na presente dissertação foi desenvolvido um novo método de ensaio experimental para a caracterização da evolução da rigidez de materiais cimentícios, que consiste na monitorização contínua da frequência de ressonância de uma barra parcialmente embebida no material em estudo. A metodologia desenvolvida apresentou uma boa sensibilidade para deteção da evolução da rigidez de pastas de cimento no estado fresco. Após o tempo final de presa observou-se uma quase-estagnação da frequência de ressonância lida.

Os testes iniciais indicaram que a metodologia proposta apresenta uma boa sensibilidade a evoluções da rigidez das pastas de cimento ainda no estado fresco. No entanto, estes ensaios preliminares apresentaram alguns pormenores menos desejáveis, entre os quais:

- A acumulação de água na superfície superior do provete, devida a fenómenos de segregação, que faz com que nesta região a pasta tenha características diferentes das restantes partes do provete;
- A sedimentação das partículas de cimento, que difere de mistura para mistura, e põe em causa a repetibilidade do método, provocando variações e gerando incertezas sobre o comprimento de barra metálica em consola.

Os aspetos negativos verificados no desenvolvimento inicial da metodologia foram mitigados através do refinamento do sistema de ensaio, particularmente em face dos seguintes fatores:

- A inversão da posição da barra no provete permitiu contrariar os efeitos nefastos da acumulação de água à superfície. Com efeito, a zona de pasta de cimento que mais efeito tem sobre os resultados colhidos, reside agora na parte inferior, livre de efeitos relevantes de assentamento e/ou segregação;
- A espessura da barra foi aumentada de modo a torna-la mais robusta, garantindo maior potencial de reutilização;

- O novo molde é constituído por peças metálicas de forma a evitar a acumulação de temperatura devida às reações químicas exotérmicas que decorrem da hidratação do cimento;
- A construção e ligações do novo molde metálico é bastante robusta, facilitando a limpeza e reutilização do mesmo. Assegura também a melhoria da repetibilidade em face do procedimento anterior.

Comparando os resultados do método proposto com os resultados obtidos através das outras metodologias de ensaio é possível concluir que:

- O método desenvolvido é mais sensível a evoluções da microestrutura da pasta de cimento do que o método da agulha de Vicat, apresentando variações na frequência de ressonância logo após o início do ensaio, ao passo que só se registam variações da profundidade de penetração da agulha em instantes próximos do início de presa;
- O ensaio de corte oscilatório a baixa amplitude e a nova metodologia detetam evoluções no mesmo período de tempo, contudo o ensaio oscilatório é mais sensível a pequenas variações, demonstrando uma cinética de evolução diferente.
- Comparativamente ao ensaio EMM-ARM, os métodos podem ser considerados complementares, pois os seus resultados são válidos para diferentes períodos de tempo, nomeadamente antes e após o instante de presa final.

5.2. Desenvolvimentos futuros

Na sequência do trabalho realizado nesta dissertação, sugerem-se os seguintes desenvolvimentos futuros:

- Substituir a fita de calafetagem por outro material que apresente menor influência na frequência de vibração da barra e com um comportamento mais “previsível”, de forma a melhorar a repetibilidade dos ensaios;
- Realizar testes com variação da relação a/c e até do tipo de cimento, para perceber a influência da variação destes parâmetros na evolução das frequências de ressonância e tentar relacionar os tempos de presa com determinados valores de frequência de vibração;

- Desenvolvimento de uma metodologia analítica ou numérica de interpretação de resultados, tentando estabelecer uma correlação com propriedades físicas da pasta de cimento, que do decorrer desta dissertação se espera que seja o módulo G' .

BIBLIOGRAFIA

- ASTM. (2011). C1738 - Standard Practice for High-Shear Mixing of Hydraulic Cement Pastes.
- Azenha, M. (2009). Numerical simulation of the structural behaviour of concrete since its early ages, 2009(December), 375. Retrieved from <http://repositorio-aberto.up.pt/handle/10216/57587>
- Azenha, M., Magalhães, F., Faria, R., & Cunha, Á. (2010). Measurement of concrete E-modulus evolution since casting: A novel method based on ambient vibration. *Cement and Concrete Research*, 40(7), 1096–1105. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.02.014>
- Banfill, P. F. G., & Saunders, D. C. (1981). On the viscometric examination of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 11(3), 363–370. [http://doi.org/10.1016/0008-8846\(81\)90108-3](http://doi.org/10.1016/0008-8846(81)90108-3)
- Barnes, H. H. a., & Barnes, a. (1997). Thixotropy - A review. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70(97), 1–33. [http://doi.org/10.1016/S0377-0257\(97\)00004-9](http://doi.org/10.1016/S0377-0257(97)00004-9)
- Bénard, P., Garrault, S., Nonat, A., & Cau-Dit-Coumes, C. (2005). Hydration process and rheological properties of cement pastes modified by orthophosphate addition. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(11), 1877–1883. <http://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2004.06.017>
- Billberg, P. H. (2011). The Structural Behaviour of Scc At Rest, (August), 14–16.
- Boulay, C., Staquet, S., Azenha, M., Deraemaeker, A., Crespini, M., Carette, J., ... Karaiskos, G. (2013). Monitoring elastic properties of concrete since very early age by means of cyclic loadings, ultrasonic measurements, natural resonant frequency of composite beam (EMM-ARM) and with smart aggregates. *Proceedings of the 8th International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, FraMCoS 2013*.
- Brunner, B. (2014). Development of Laboratory Test Methods to Replace the Simulated High-Temperature Grout Fluidity Test, (88488).

- Camões, A. (2005). Betões de elevado desempenho com elevado volume de cinzas volantes. *Restoration Ecology*, 23, 55–64.
- CEN. (2005). Methods of testing cement - Part 3: Determination of setting times and soundness. EN 196-3. European Committee for Standardization.
- CEN 1999. (1999). EN 1015-11: Methods of test for mortar for masonry - Part 11: Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar. *European Committee for Standardization*, 12. Retrieved from <http://www.docin.com/p-279781425.html>
- Champenois, J. B., Cau Dit Coumes, C., Poulesquen, A., Le Bescop, P., & Damidot, D. (2013). Beneficial use of a cell coupling rheometry, conductimetry, and calorimetry to investigate the early age hydration of calcium sulfoaluminate cement. *Rheologica Acta*, 52(2), 177–187. <http://doi.org/10.1007/s00397-013-0675-9>
- Clough, R. W., & Penzien, J. (1995). *Dynamics of Structures*. <http://doi.org/10.1002/9781118599792>
- Coussot, P. (2005). *Rheometry of Pastes, Suspensions, and Granular Materials: Applications in Industry and Environment*. *Rheometry of Pastes, Suspensions, and Granular Materials: Applications in Industry and Environment*. <http://doi.org/10.1002/0471720577>
- Coussot, P., Nguyen, Q. D., Huynh, H. T., & Bonn, D. (2002). Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *Journal of Rheology*, 46(3), 573. <http://doi.org/10.1122/1.1459447>
- Coussot, P., Tabuteau, H., Chateau, X., Tocquer, L., & Ovarlez, G. (2006). Aging and solid or liquid behavior in pastes. *Journal of Rheology*, 50(May 2015), 975–994. <http://doi.org/10.1122/1.2337259>
- Derec, C., Ducouret, G., Ajdari, A., & Lequeux, F. (2003). Aging and nonlinear rheology in suspensions of polyethylene oxide-protected silica particles. *Physical Review. E, Statistical, Nonlinear, and Soft Matter Physics*, 67(6 Pt 1), 61403. <http://doi.org/10.1103/PhysRevE.67.061403>
- Einstein, A. (1906). Eine neue Bestimmung der Molekuldimensionen. *Annalen Der Physik*,

- 324(2), 289–306. <http://doi.org/10.1002/andp.19063240204>
- Ferraris, C. F. (1999). Measurement of the rheological properties of high performance concrete: State of the art report. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 104(5), 461. <http://doi.org/10.6028/jres.104.028>
- Gartner, E. (2004). Industrially interesting approaches to “low-CO₂” cements. *Cement and Concrete Research*, 34(9), 1489–1498. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.01.021>
- Granja, J. (2016). *Continuous characterization of stiffness of cement - based materials: experimental analysis and micro-mechanics modelling*. Universidade do Minho.
- Granja, J. L. (2011). *Avaliação experimental do módulo de elasticidade de materiais cimentícios desde as primeiras idades*.
- Greim, M., Kusterle, W., Teubert, O., & Tredition GmbH Hamburg. (2016). *Rheologische Messungen an Baustoffen 2016 Tagungsband zum 25. Workshop und Kolloquium, 2. und 3. März an der OTH Regensburg*.
- Hackley, V. A., & Ferraris, C. F. (2001). The use of nomenclature in dispersion science and technology. *NIST Special Publication*, 960, 76.
- Han, D. (2014). Flow behavior and microstructure of cement-based materials.
- Kovler, K., & Roussel, N. (2011). Properties of fresh and hardened concrete. *Cement and Concrete Research*, 41(7), 775–792. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.009>
- Krieger, I. M., & Dougherty, T. J. (1959). A Mechanism for Non-Newtonian Flow in Suspensions of Rigid Spheres. *Transactions of The Society of Rheology (1957-1977)*, 3(1), 137–152. <http://doi.org/10.1122/1.548848>
- Lee, S. L., Tan, S. a., Tan, T. S., Tam, C. T., & Wee, T. H. (1987). A consolidation model for bleeding of cement paste. *Advances in Cement Research*, 1(1), 18–26. <http://doi.org/10.1680/adcr.1987.1.1.18>
- Magalhães, F., Caetano, E., & Cunha, A. (2004). Desenvolvimento de software em MATLAB para identificação modal de pontes sob acções ambientais. In *6º Congresso Nacional de Sismologia e Engenharia Sísmica, Sísmica 2004*. Univ. Minho, Guimarães.

- Maia, L., Azenha, M., Faria, R., & Figueiras, J. (2011). Influence of the cementitious paste composition on the E-modulus and heat of hydration evolutions. *Cement and Concrete Research*, 41(8), 799–807. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.008>
- Maia, L., Azenha, M., Faria, R., & Figueiras, J. (2012). Identification of the percolation threshold in cementitious pastes by monitoring the E-modulus evolution. *Cement and Concrete Composites*, 34(6), 739–745. <http://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.03.001>
- Moreira, A. (2003). *Estudos sobre Caldas de Injecção das Bainhas de Pré-Esforço*. Universidade do Porto.
- Nachbaur, L., Mutin, J. C., Nonat, a., & Choplin, L. (2001). Dynamic mode rheology of cement and tricalcium silicate pastes from mixing to setting. *Cement and Concrete Research*, 31(2), 183–192. [http://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00464-6](http://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00464-6)
- Nguyen, Q. D., & Boger, D. V. (1992). Measuring the Flow Properties of Yield Stress Fluids. *Victoria*, 47–88.
- Ovarlez, G., & Roussel, N. (2007). A Physical Model for the Prediction of Lateral Stress Exerted by Self-Compacting Concrete on Formwork. *Materials and Structures*, 39(2), 269–279. <http://doi.org/10.1617/s11527-005-9052-1>
- Roussel, N. (2005). Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 35(9), 1656–1664. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.08.001>
- Roussel, N. (2012). *Understanding the rheology of concrete*. Woodhead Publishing.
- Roussel, N., & Coussot, P. (2005). “Fifty-cent rheometer” for yield stress measurements: From slump to spreading flow. *Journal of Rheology*, 49(3), 705–718. <http://doi.org/10.1122/1.1879041>
- Rutgers, I. R. (1962). Relative viscosity and concentration. *Rheologica Acta*, 2(4), 305–348. <http://doi.org/10.1007/BF01976051>
- Saak, A. W., Jennings, H. M., & Shah, S. P. (2001). The influence of wall slip on yield stress and viscoelastic measurements of cement paste, 31, 205–212.
- Sant, B. G., Dehadrai, M., Bentz, D., Lura, P., Ferraris, C. F., Bullard, J. W., & Weiss, J. (2009).

Detecting the Transition in Cement Pastes Comparing experimental and numerical techniques, (june).

Schultz, M. A., & Struble, L. J. (1993). Use of oscillatory shear to study flow behavior of fresh cement paste. *Cement and Concrete Research*, 23(2), 273–282. [http://doi.org/10.1016/0008-8846\(93\)90092-N](http://doi.org/10.1016/0008-8846(93)90092-N)

SECIL. (2004). *CEN II/B-L 32.5 N* (S. A. Comp).

Sun, Z., Voigt, T., & Shah, S. P. (2006). Rheometric and ultrasonic investigations of viscoelastic properties of fresh Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 36(2), 278–287. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.08.007>

Tattersall, G. H., & Banfill, P. F. G. (1983). *The rheology of fresh concrete*. Pitman Advanced Pub. Program.

Voigt, T., Akkaya, Y., & Shah, S. P. (2003). Determination of Early Age Mortar and Concrete Strength by Ultrasonic Wave Reflections. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 15(3), 247–254. [http://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2003\)15:3\(247\)](http://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2003)15:3(247))

Wallevik, J. E. (2009). Rheological properties of cement paste: Thixotropic behavior and structural breakdown. *Cement and Concrete Research*, 39(1), 14–29. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.10.001>

Williams, D. A., Saak, A. W., & Jennings, H. M. (1999). Influence of mixing on the rheology of fresh cement paste. *Cement and Concrete Research*, 29(9), 1491–1496. [http://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00124-6](http://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00124-6)

