

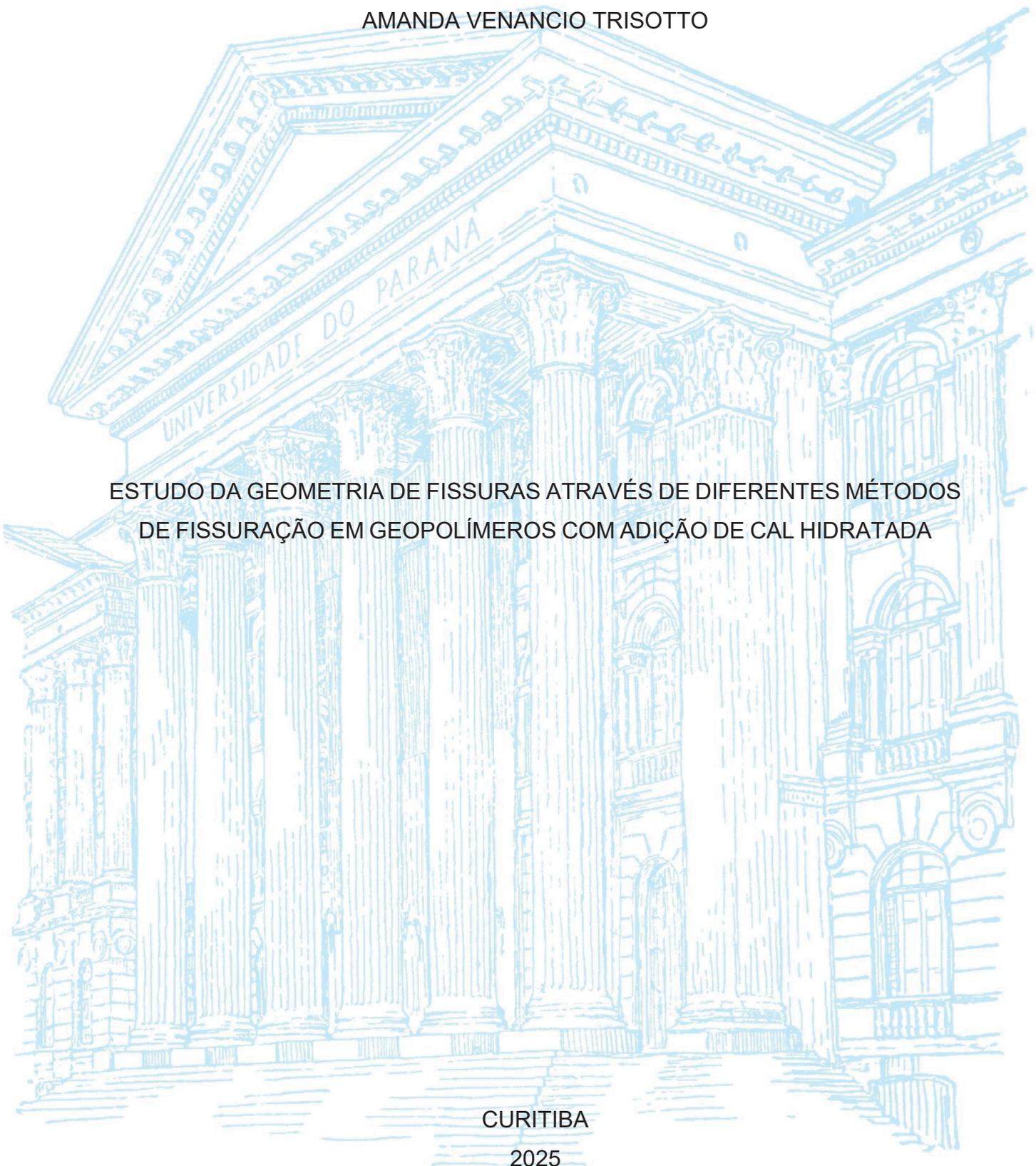
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

AMANDA VENANCIO TRISOTTO

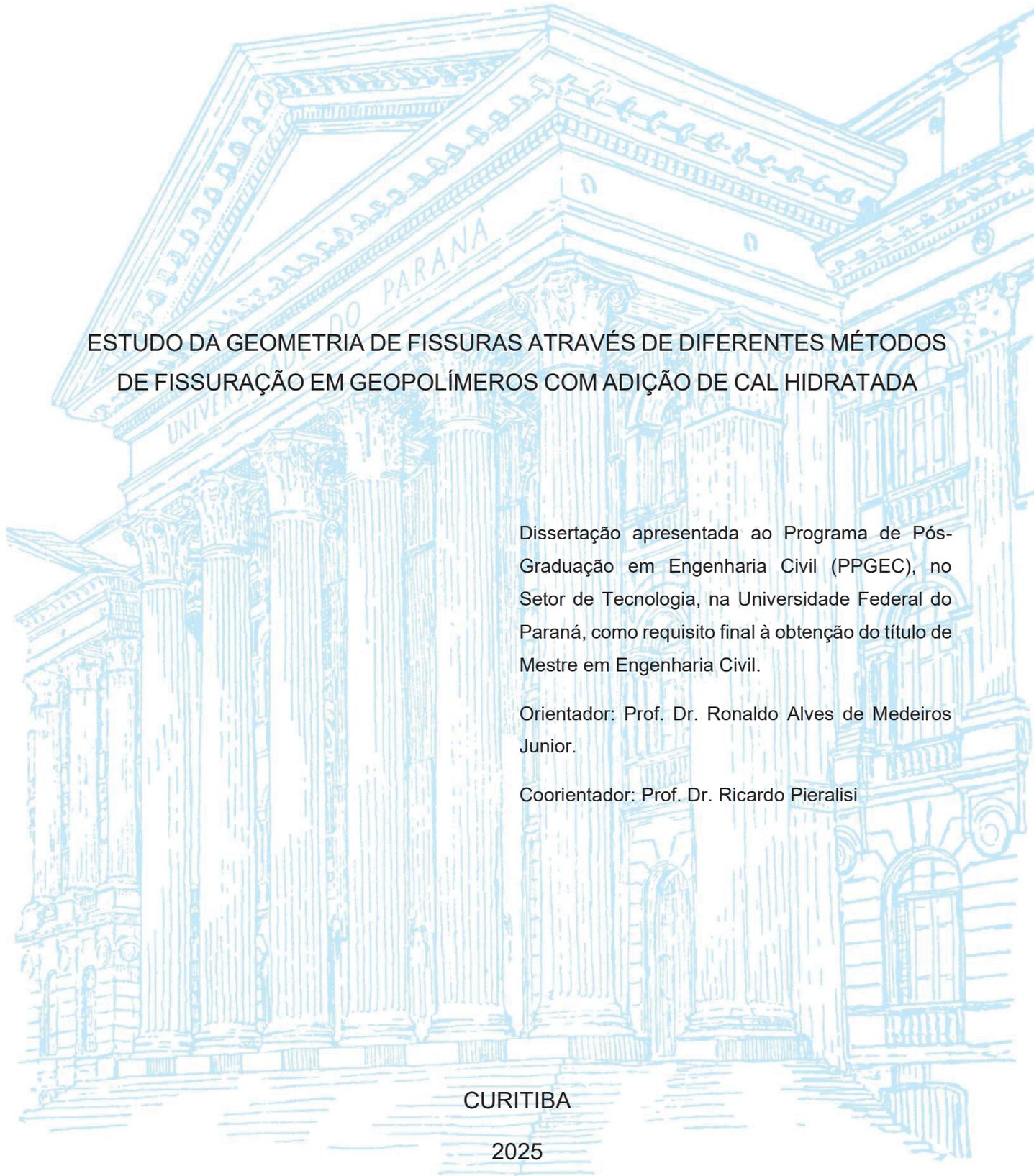
ESTUDO DA GEOMETRIA DE FISSURAS ATRAVÉS DE DIFERENTES MÉTODOS  
DE FISSURAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS COM ADIÇÃO DE CAL HIDRATADA

CURITIBA

2025



AMANDA VENANCIO TRISOTTO



ESTUDO DA GEOMETRIA DE FISSURAS ATRAVÉS DE DIFERENTES MÉTODOS  
DE FISSURAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS COM ADIÇÃO DE CAL HIDRATADA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPGEC), no Setor de Tecnologia, na Universidade Federal do Paraná, como requisito final à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Alves de Medeiros Junior.

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo Pieralisi

CURITIBA

2025

DADOS INTERNACIONAIS DE CATALOGAÇÃO NA PUBLICAÇÃO (CIP)  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
SISTEMA DE BIBLIOTECAS – BIBLIOTECA CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Trisotto, Amanda Venancio

Estudo da geometria de fissuras através de diferentes métodos de fissuração em geopolímeros com adição de cal hidratada. / Amanda Venancio Trisotto. – Curitiba, 2025.

1 recurso on-line : PDF.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Alves de Medeiros Junior.

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo Peralisi

1. Geopolímeros. 2. Cal hidratada. 3. Fibras. I. Universidade Federal do Paraná. II. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. III. Medeiros Junior, Ronaldo Alves de. IV. Peralisi, Ricardo. V. Título.

Bibliotecária: Roseny Rivelini Morciani CRB-9/1585

## TERMO DE APROVAÇÃO

Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação ENGENHARIA CIVIL da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da dissertação de Mestrado de **AMANDA VENANCIO TRISOTTO**, intitulada: **Estudo da geometria de fissuras através de diferentes métodos de fissuração em geopolímeros com adição de cal hidratada**, sob orientação do Prof. Dr. RONALDO ALVES DE MEDEIROS JUNIOR, que após terem inquirido a aluna e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua APROVAÇÃO no rito de defesa.

A outorga do título de mestra está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 15 de Setembro de 2025.

Assinatura Eletrônica

16/09/2025 13:11:08.0

RONALDO ALVES DE MEDEIROS JUNIOR

Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica

16/09/2025 13:05:09.0

SAMOEL SCHWAAB

Avaliador Externo (UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA)

Assinatura Eletrônica

16/09/2025 05:25:59.0

ANA BLANCO ALVAREZ

Avaliador Externo (UNIVERSITY OF LOUGHBOROUGH)

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente à Deus, pelas bênçãos diárias, sempre estando a frente e iluminando meu caminho, além de me fortalecer nos momentos difíceis e proporcionar vitórias frente a desafios.

Aos meus pais, Elenir e Lenoir, por todo o apoio, amor e carinho de sempre. Vocês são muito fundamentais para todo o meu caminho, são meus alicerces e modelos de pessoas que me inspiram a ser cada vez melhor.

À minha irmã, Giovanna, que me apoia, é carinhosa e sempre torce por mim.

Ao Nicolas que me acompanhou durante toda a pesquisa, sendo meu confidente, companheiro e sempre me incentivou a seguir meus sonhos.

Aos meus orientadores Ronaldo Alves de Medeiros-Junior e Ricardo Pieralisi pelo conhecimento possibilitado, pelas contribuições durante todo o mestrado e pela disponibilidade em esclarecer dúvidas.

Ao grupo de pesquisa de Geopolímeros que permite o compartilhamento de conhecimento e tempo para que nossos objetivos sejam atingidos.

Às empresas Metacaulim do Brasil e Diatom pela doação de metacaulim e silicato de sódio, respectivamente, usados na produção dos geopolímeros.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa e ao Laboratório C-LABMU, em especial ao professor Dr. Eduardo Pereira, pela parceria na realização de análises.

À Vivianne e Janaíra, técnicas do laboratório, por todo o auxílio durante os ensaios e por executarem os ensaios de caracterização mecânica.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil – PPGEC e à Universidade Federal do Paraná, em especial às professoras Dra. Heloisa Fuganti Campos e Dra. Nayara Klein pelos ensinamentos compartilhados em suas disciplinas

Ao CNPQ e à CAPES pelo financiamento durante o período de mestrado.

A todos que, direta ou indiretamente, colaboraram ao longo desta pesquisa.

Muito Obrigada.

## RESUMO

A autocicatrização depende de algumas variáveis, dentre elas se destacam a geometria e profundidade das fissuras do material empregado. Em matrizes geopoliméricas, um dos problemas que envolvem a autocicatrização seria a falta de padronização dos métodos de fissuração e a pouca quantidade de estudos comparativos publicados, levando a dúvidas referentes ao seu comportamento. Visto isso, o presente trabalho busca avaliar a geometria das fissuras em pastas geopoliméricas, com adição de fibras e cal hidratada, frente a diferentes métodos de fissuração. Os métodos analisados na pesquisa consistem em: tração por compressão diametral, flexão a 3 pontos, e o método adaptado de Montevideo. Para permitir uma comparação entre as fissuras geradas pelos métodos escolhidos, foi fixada a interrupção do ensaio com a abertura das fissuras em 80  $\mu\text{m}$ , estas induzidas em corpos de prova com 3 dias de idade. O presente estudo visa a comparação dos métodos de fissuração desde a execução do ensaio, com a padronização de velocidade de aplicação de carga e determinação de critérios de parada pela abertura de fissuras. Como resultado principal, a pesquisa compara a geometria da fissura gerada por cada método escolhido em termos de extensão, largura e profundidade, uma vez que a geometria afeta diretamente na velocidade e modo de preenchimento dessas fissuras por meio da autocicatrização do material. A deformação elástica das amostras pode ser medida através da comparação da abertura de fissura do LVDT com a abertura após a retirada da carga. Os corpos de prova submetidos ao método Montevideo apresentaram a menor deformação elástica (12,5%), isso devido a fissura ser gerada a partir do entalhe e a abertura permitir um giro. As amostras submetidas a tração por flexão a 3 pontos tiveram as fissuras de abertura constantes, de 80 a 90  $\mu\text{m}$ , uma vez que foram avaliadas as fissuras da base. Já as fissuras geradas pelo ensaio de compressão diametral apresentam afunilamento próximo ao centro do corpo de prova, tendo 90  $\mu\text{m}$  na maior abertura e 30  $\mu\text{m}$  na menor, caracterizando o formato de ampulheta. Para a autocicatrização, em termos de extensão, as fissuras de flexão a 3 pontos são mais favoráveis, enquanto por profundidade as amostras de compressão diametral são favorecidas e em relação a abertura superficial, os corpos de prova de MVD apresentam maior facilidade por irem afunilando na sua extensão.

Palavras-chave: Geopolímero; Cal Hidratada; Métodos de Fissuração; Fibras.

## ABSTRACT

The self-healing capacity of materials depends on several variables, among which the geometry and depth of the cracks stand out. In geopolymeric matrix, one of the challenges is the lack of standardized cracking methods and the limited number of comparative studies published in literature, which leads to uncertainties about their behavior. In this context, the present study aims to evaluate the crack geometry in geopolymer pastes, incorporating fibers and hydrated lime, under different cracking methods. The methods analyzed in this research include splitting tensile test, three-point bending test, and the Montevideo method. To enable a comparison between the cracks generated by the selected methods, a controlled crack opening of 80 $\mu$ m was established, induced in specimens at 3 days of age. This study aims to compare the cracking methods starting from the execution of the tests, by standardizing the loading rate and establishing stopping criteria based on crack opening. As a main result, the research compares the geometry of the cracks generated by each method in terms of length, width and depth, since these characteristics directly influence the rate and mode of crack filling during the material's self-healing process. The elastic deformation of the samples can be assessed by comparing the crack opening recorded by the LVDT with the opening measured after the load removal. Specimens subjected to the Montevideo method exhibited the lowest elastic deformation (12.5%), attributed to the presence of a notch that allows rotation during crack formation. Samples tested under three-point bending displayed more constant crack widths, between 80 and 90 $\mu$ m, as cracks were analyzed at the bottom face. Meanwhile, cracks generated by the splitting tensile test showed a narrowing near the specimen center, with a maximum width of 90 $\mu$ m and a minimum of 30 $\mu$ m, resulting in an hourglass-shaped geometry. For self-healing, in terms of crack extension, three-point bending cracks are more favorable, whereas in terms of depth, the diametral compression specimens are favored. Regarding surface opening, the MVD specimens exhibit greater propensity for healing due to the tapering along their extension.

Key words: Geopolymer; Hydrated Lime; Cracking Methods; Fiber.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aspectos positivos dos geopolímeros .....	15
Figura 2 - Classificação de matrizes cimentícias com base nas suas quantidades de Ca e Al .....	17
Figura 3 - Reação de geopolimerização .....	20
Figura 4 - Polissialatos do geopolímero .....	21
Figura 5 - Microestrutura do Geopolímero .....	22
Figura 6 - Géis formados conforme composição do material .....	23
Figura 7 - Gel N-A-S-H se convertendo em C-(A)-S-H .....	23
Figura 8 - Comparação de resistência à compressão em relação à (a) Si/Al (b) água/sólidos (c) Al/Na e (d) H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O .....	24
Figura 9 - MEV geopolímero com diferentes razões SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	25
Figura 10 - MEV das amostras com adição de areia (a) 0% (b) 15% e (c) 50% .....	26
Figura 11 - Microestrutura da matriz com 50% areia aos 7 dias de cura a 60° C (a) agregado como centro de nucleação e (b) partícula do agregado se dissolvendo ..	27
Figura 12 - Resistência à compressão em diferentes curas .....	29
Figura 13 - Mecanismo de retração dos geopolímeros .....	30
Figura 14 - MEV em relação a CaO/SiO <sub>2</sub> (a) 0 (b) 0,05 (c) 0,10 e (d) 0,15 .....	32
Figura 15 - Análise microscópica do selamento parcial das fissuras nas amostras sob condições de ciclos (C) e imersão (S) nas idades de 0 e 112 dias .....	36
Figura 16 - Análise microestrutural das amostras (a), (b) e (c) sob exposição ao ar e (d), (e) e (f) sob imersão .....	36
Figura 17 - Produtos de hidratação precipitados na superfície das fibras .....	37
Figura 18 - Presença de fibras para controle de abertura de fissuras .....	37
Figura 19 - Microestrutura na região das fissuras (a) matriz geopolimérica, (b) fase ligante do geopolímero e (c) produtos da autocicatrização .....	40
Figura 20 - Microestrutura das amostras (a) carbonato de sódio e de cálcio e (b) partícula de tijolo não reagida .....	41
Figura 21 - Autocicatrização das amostras sob imersão (a <sub>0</sub> ) pré-carregamento (a <sub>1</sub> ) 120 dias de exposição .....	41
Figura 22 - Microestrutura das amostras com formação de (a) gel C-S-H e (b) gel N-A-S-H .....	42

Figura 23 - Microestrutura dos compostos formados .....	43
Figura 24 - Microestrutura com nuclearização das fibras .....	44
Figura 25 – Método de Flexão a 3 Pontos .....	45
Figura 26 - Método de Compressão Diametral (a) fissuração por tração por compressão diametral; (b) visualização da fissura gerada; (c) imagem gerada a partir do microscópio digital; (d) imagem panorâmica da fissura .....	48
Figura 27 - Esquema de Posicionamento da Amostra na Prensa .....	49
Figura 28 - Tensão e Deformação das Amostras de Compressão Diametral .....	49
Figura 29 – Tensão e Deformação das Amostras de Flexão a 3 Pontos.....	50
Figura 30 - Esquema do Dispositivo de Cargas .....	50
Figura 31 – Comparativo do Método WST e MVD (a, b) amostra de concreto (c, d) dispositivo de carregamento (e, f) ensaio em andamento.....	51
Figura 32 - Esquema de Fissuração MVD .....	52
Figura 33 - Fluxograma do Programa Experimental .....	54
Figura 34 – Linha do Tempo da Pesquisa.....	55
Figura 35 - DRX Metacaulim .....	57
Figura 36 - Granulometria a Laser Metacaulim .....	58
Figura 37 - MEV e EDS da Fibra de Polipropileno com 1000x de ampliação .....	60
Figura 38 - Granulometria a Laser da Cal Hidratada .....	61
Figura 39 – Geometria Corpos de Prova (a) 40x40x160mm (b) 75x75x75mm (c) Ø100x25mm.....	65
Figura 40 – Mecanismo de fixação do LVDT ao corpo de prova (a) LVDT fixado (b) suportes metálicos (c) grampos metálicos .....	66
Figura 41 – Ensaio de Cone de Kantro .....	70
Figura 42 – Densidade no Estado Fresco X Endurecido.....	71
Figura 43 – Ensaio de Resistência à Tração.....	72
Figura 44 – Ensaio de Resistência à Compressão .....	73
Figura 45 – Gráfico Deformação x Tempo .....	74
Figura 46 – Gráfico Deformação x Tensão .....	74
Figura 47 – Posicionamento do Ensaio de Compressão Diametral .....	75
Figura 48 – Compressão Diametral (a) Região de Fissuração (b) Fissura .....	76
Figura 49 – Esquema de Fixação do LVDT na Compressão Diametral .....	77
Figura 50 – Esquema Compressão Diametral .....	78

Figura 51 – Análise Inicial da Abertura de Fissuras – Compressão Diametral (a) fissurômetro (b) microscópio portátil .....	79
Figura 52 – Mapa de Fissuras Compressão Diametral .....	80
Figura 53 – Posicionamento do Ensaio de 3 Pontos.....	80
Figura 54 – Flexão a 3 Pontos (a) Região de Fissuração (b) Fissura .....	81
Figura 55 – Esquema de Fixação do LVDT na Flexão a 3 Pontos.....	82
Figura 56 – Esquema de Flexão a 3 pontos.....	83
Figura 57 – Análise Inicial da Abertura de Fissuras - 3 pontos (a) fissurômetro (b) microscópio portátil .....	84
Figura 58 – Mapa de Fissuras Flexão a 3 Pontos .....	85
Figura 59 – Posicionamento do Ensaio de Montevideo .....	86
Figura 60 – Montevideo (a) Região de Fissuração (b) Fissura .....	86
Figura 61 – Esquema de Fixação do LVDT no Montevideo .....	87
Figura 62 – Esquema de Montevideo.....	88
Figura 63 – Análise Inicial da Abertura de Fissuras - Montevideo (a) fissurômetro (b) microscópio portátil .....	89
Figura 64 – Mapa de Fissuras Montevideo .....	90

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Pesquisas recentes sobre autocicatrização em geopolímeros .....	38
Tabela 2 - FRX Metacaulim.....	56
Tabela 3 - Características Químicas Ativadores .....	58
Tabela 4 - Características Físicas e Mecânicas Fibras PP .....	59
Tabela 5 - FRX Cal Hidratada .....	60
Tabela 6 – Traço do Geopolímero .....	62
Tabela 7 - Quantidade de Corpos de Prova .....	64
Tabela 8 - Métodos de Fissuração .....	67
Tabela 9 – Comparativo dos Métodos de Fissuração .....	91

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	12
2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVA .....	14
2.1 OBJETIVO GERAL.....	14
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	14
2.3 JUSTIFICATIVA .....	14
3. FISSURAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS.....	17
3.1 DEFINIÇÃO DE GEOPOLÍMEROS.....	17
3.2 REAÇÃO DE GEOPOLIMERIZAÇÃO .....	19
3.3 FATORES QUE INFLUENCIAM NAS PROPRIEDADES DOS GEOPOLÍMEROS .....	24
3.4 INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CÁLCIO EM GEOPOLÍMEROS.....	31
3.5 DEFINIÇÃO DE AUTOCICATRIZAÇÃO .....	33
3.6 AUTOCICATRIZAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS .....	35
3.7 FISSURAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS .....	44
3.8 MECÂNICA DA FRATURA.....	46
4. PROGRAMA EXPERIMENTAL .....	54
4.1 MATERIAIS .....	56
4.1.1 METACAULIM .....	56
4.1.2 ATIVADORES ALCALINOS .....	58
4.1.3 FIBRA DE POLIPROPILENO .....	59
4.1.4 CAL HIDRATADA.....	60
4.1.5 ÁGUA .....	61
4.2 MÉTODOS .....	61
4.2.1 DOSAGEM DOS GEOPOLÍMEROS .....	61
4.2.2 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	62
4.2.3 MÉTODOS DE FISSURAÇÃO .....	66
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	69
5.1 CONE DE KANTRO .....	69
5.2 DENSIDADE .....	70
5.3 RESISTÊNCIA MECÂNICA .....	71
5.3.1 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO .....	71
5.3.2 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	72

5.3.3 MÓDULO DE ELASTICIDADE .....	73
5.4 MÉTODOS DE FISSURAÇÃO .....	75
5.4.1 COMPRESSÃO DIAMETRAL .....	75
5.4.2 FLEXÃO A 3 PONTOS .....	80
5.4.3 MONTEVIDEO .....	85
5.4.4 COMPARATIVO DOS MÉTODOS .....	90
6. CONCLUSÕES .....	93
6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	95
REFERÊNCIAS.....	96

## 1. INTRODUÇÃO

A demanda por materiais de alta eficiência com menor impacto ambiental, principalmente em comparação com concretos produzidos com cimento Portland, tem aumentado a procura por materiais cimentícios alternativos e mais sustentáveis (PALOMO et al., 2019). O geopolímero surge com potencial de substituir o cimento Portland garantindo propriedades cimentícias e durabilidade. Tal material é formado pela mistura de uma fonte de aluminossilicato e solução alcalina, de combinações de hidróxidos e silicatos dissolvidos (PELISSER, 2013; DAVIDOVITS, 1991).

Para garantir a segurança e viabilidade do uso de novos produtos, são necessários testes e estudos de durabilidade que proporcionem um entendimento de seu desempenho ao longo da vida útil, de forma a simular o emprego em uma estrutura. Tais ensaios permitem o conhecimento para a produção dos materiais em escala industrial.

Frente ao desempenho desse material em termos de durabilidade, os cientistas vêm pesquisando e aprendendo sobre o seu comportamento, principalmente considerando o estado endurecido, pela aplicabilidade em larga escala nas estruturas que hoje são de concreto convencional. Quando comparado ao cimento Portland, o geopolímero pode apresentar aprimoramento no desempenho mecânico, redução de porosidade e maior resistência à entrada de agentes agressivos em compósitos geopoliméricos (NAWAZ, HEITOR e SIVAKUMAR, 2020; CHEN et al., 2021). Relacionado às questões sociais e ambientais, têm menores emissões de carbono, além do seu potencial de reciclagem a partir de bases como sílica ativa, cinza de casca de arroz, entre outros (ALBIDAH et al., 2022; SHEHATA, SAYED e ABDELKAREEM, 2021).

Outra propriedade importante, em termos de durabilidade, é a autocicatrização. Este mecanismo é definido como a capacidade do material em selar fissuras, seja totalmente ou parcialmente. O mecanismo possibilita prolongamento da vida útil dos materiais, pois consiste na capacidade destes em reparar suas próprias fissuras. Ainda, os materiais cimentícios, como concreto, apresentam baixa resistência à tração e conseqüentemente uma predisposição à formação de fissuras nessa região (DE BELIE et al., 2018).

Autores como Borçato e Medeiros-Junior (2024), Alshaeer (2020) e Ozen et al. (2023) relatam a dificuldade de autocicatrização em geopolímeros, outros como Guo e Yang (2020) e Ulugöl et al. (2021), pela utilização de fontes de cálcio como precursores, caracterizando o material como álcali-ativado, relataram a autocicatrização com maior facilidade. Assim, pelo presente trabalho tratar de geopolímeros, o precursor do material se trata de uma fonte com baixo teor de cálcio, sendo está o metacaulim, para promover a autocicatrização optou-se pela adição de cal hidratada na mistura (VAN DEVENTER et al., 2010). A autocicatrização em geopolímeros pode apresentar muitas variáveis, dentre elas está o tipo precursor de aluminossilicato, a combinação dos ativadores, os processos de cura, a presença de fonte de cálcio, o método de obtenção das fissuras e a condição de exposição.

Os métodos de fissuração em geopolímeros abordados na literatura são variados, eles se baseiam desde propriedades mecânicas até variação térmica e fissuras de retração. Dentre os principais métodos os que se destacam são: compressão diametral, flexão a 3 pontos e tração uniaxial (GUO e YANG, 2020; OHNO, KIM e LI, 2020; ULUGOL, 2021; POLAT e ULYSAL, 2021; BORÇATO, 2023; OZEN et al., 2023). Os artigos sobre autocicatrização focam no selamento das fissuras e nos produtos formados, dando pouco enfoque ao método de fissuração (KAN et al., 2019; ALSHAAER, 2020 e OZEN et al., 2023). Devido a pouca abordagem sobre esses métodos, não há a padronização com o passo a passo do procedimento, dificultando a consolidação do conhecimento de autocicatrização em geopolímeros, uma vez que cada autor segue um método diferente, o que pode causar diferença nos resultados obtidos. E, como os autores não focam nos meios de obtenção das fissuras e sim no selamento, essa etapa ainda tem lacunas que dificultam a replicação dos ensaios.

Diante disso, o presente trabalho visa a compreensão da indução de fissuração por diferentes métodos a fim de buscar uma padronização de avaliação da autocicatrização em geopolímeros. Assim, contribuindo para a consolidação do conhecimento e elaboração de futuras normativas sobre o assunto, possibilitando o uso do material a larga escala. Ainda, o controle na abertura das fissuras atua para aprimorar a autocicatrização em geopolímeros e permitir sua aplicação similar ao processo conhecido para o concreto convencional.

## 2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVA

### 2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral desta pesquisa é avaliar a geometria de diferentes fissuras geradas por distintos métodos de fissuração para a autocicatrização de pastas geopoliméricas de metacaulim ativadas por hidróxido de sódio (NaOH) e silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ).

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Padronização do procedimento de execução de cada ensaio para fissuração das amostras, sendo: pré-carregamento, velocidade de aplicação de carga e critério de parada através da abertura de fissura.
- Comparação entre a geometria das fissuras geradas, levando em consideração extensão, largura e profundidade.

### 2.3 JUSTIFICATIVA

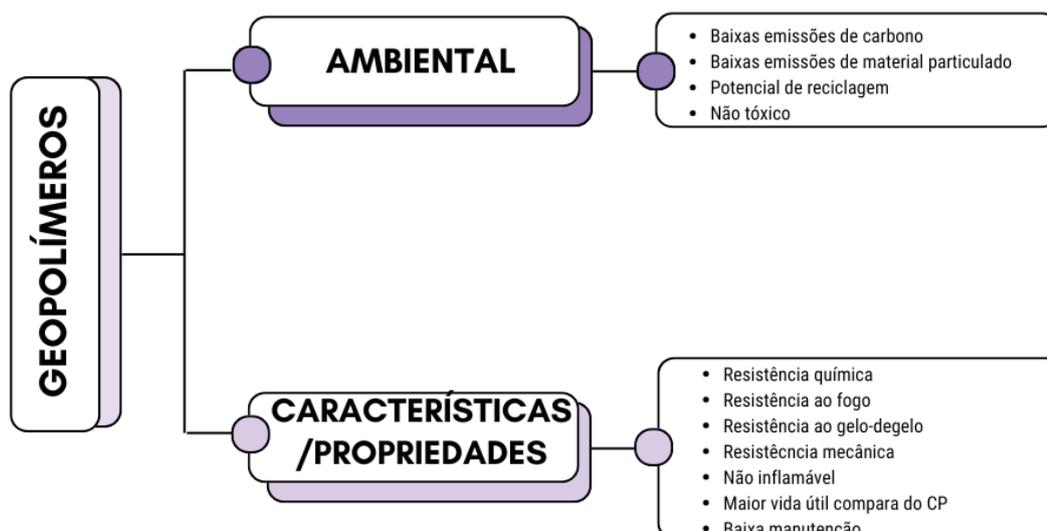
O cimento Portland é um material que para sua fabricação tem um alto teor poluente, seja em questões de emissão de gás carbônico ou de material particulado (OLIVEIRA, TAVARES e MEDEIROS JUNIOR, 2023). Frente aos problemas associados ao uso desse material em conjunto com a finitude das matérias-primas se torna importante buscar materiais alternativos que apresentem propriedades cimentícias e durabilidade nas estruturas empregadas (CARVALHO & LACAVA, 2003; GUPTA et al, 2012; LOPES e SANTOS, 2018).

Em prol de um substituto menos poluente (tanto em relação a emissão de  $\text{CO}_2$  como de material particulado), mas que ainda vise a durabilidade e a vida útil das estruturas, o cimento geopolimérico surge como material alternativo com potencial de substituição ao cimento Portland (PINTO, 2019). O geopolímero pode ter como precursor o metacaulim, que por si só apresenta menores emissões de  $\text{CO}_2$ , mas também pode ser produzido a partir de resíduos industriais, como cinza de casca de arroz e sílica ativa (KRISHNA et al., 2021; DIAZ e BARRIOS, 2022).

Partindo deste comparativo, o cimento geopolimérico de metacaulim tem por característica menor impacto ambiental, apresentando uma pegada de carbono 9% menor (PELISSER et al., 2013). Ainda, Hassan, Arif e Shariq (2019) relatam que a utilização do concreto geopolimérico pode reduzir as emissões de CO<sub>2</sub> em até 80% em emprego dos resíduos industriais como precursores do geopolímero.

Quando comparado ao cimento Portland, o geopolímero apresenta os aspectos positivos indicados na Figura 1 (FAROOQ et al., 2021). Porém, mesmo com as vantagens em termos de resistência, os geopolímeros ainda estão sujeitos a degradação. Além do aparecimento de fissuras, geopolímeros também estão suscetíveis a formação de eflorescência que podem comprometer não apenas a sua qualidade estética, mas também a sua resistência mecânica (ZHANG et al., 2018; WU et al., 2022).

Figura 1 – Aspectos positivos dos geopolímeros



Fonte: Adaptado de FAROOQ et al. (2021).

Apesar do geopolímero poder apresentar uma resistência à compressão na ordem de 55 MPa (OLIVIA; NIKRAZ, 2012), ao sofrer solicitações de tração, seja de origem externa ou interna, o material permite o surgimento de fissuras, podendo ser prejudiciais à sua durabilidade, uma vez que permitem o ingresso de agentes agressivos para o interior da estrutura (BORÇATO, 2023). O aparecimento e propagação de fissuras podem ser causados, além do uso da estrutura, mas também pelas suas condições de exposição (GARCES et al., 2021).

A autocicatrização consiste na capacidade do material cimentício em reparar as fissuras, além de contribuir para sua durabilidade, pode aumentar sua vida útil (DE BELIE et al., 2018). As fissuras aumentam a permeabilidade da matriz, permitindo a entrada de agentes agressivos. Os geopolímeros sendo capazes de selar essas fissuras, contribuem para a durabilidade do material, aumentando sua vida útil, e seu emprego em larga escala (RIBEIRO et al., 2018).

Frente a importância da autocicatrização, o entendimento do mecanismo que envolve essa propriedade é fundamental para padronização e, posterior, normatização dos materiais. Os geopolímeros, por se tratarem de potenciais substituintes ao cimento Portland, exigem ainda mais estudos envolvendo a autocicatrização e seu mecanismo para compreensão do comportamento e aplicação em larga escala.

Mesmo com pesquisas voltadas a autocicatrização, os métodos de fissuração ainda são pouco explorados, uma vez que o objetivo desses estudos é o selamento das fissuras e análise dos produtos formados. Autores como Kan et al. (2019), Alshaaer (2020), Ozen et al. (2023) e Ross et al. (2022) aplicaram apenas um método de fissuração para avaliar a autocicatrização e cada um deles adotou um método diferente, dentre eles tensão uniaxial, flexão a 3 pontos, compressão e choque térmico. Frente as diferentes formas de fissuração abordadas, se torna necessária uma comparação dos métodos para definição do melhor caminho de análise da autocicatrização dos geopolímeros a base de metacaulim.

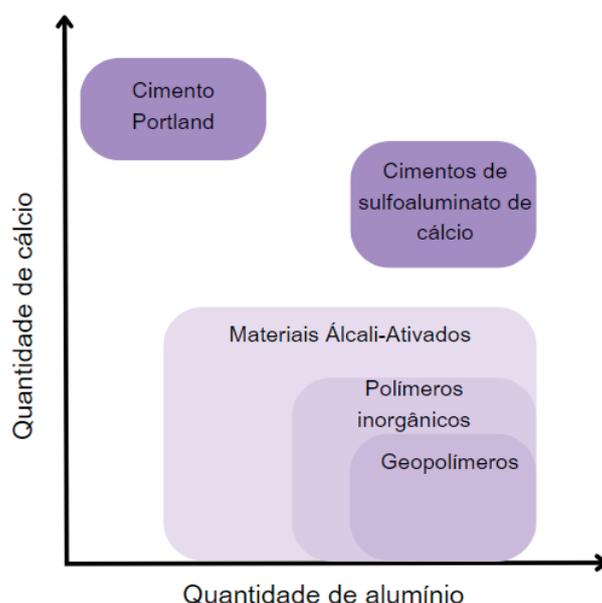
Em geopolímeros, a utilização de uma fonte de cálcio nas misturas, segundo Borçato e Medeiros-Junior (2024), é fundamental para o selamento de fissuras, uma vez que as amostras sem a presença de cálcio, as amostras não apresentaram formação de produtos no período analisado. Há trabalhos, como Guo e Yang (2020) e Ulugöl et al. (2021) que relataram certa facilidade na autocicatrização. Porém, seus precursores contêm cálcio na sua composição, como escória e cinza volante, fator que os caracteriza como materiais álcali-ativados, e não geopolímeros, evidenciando que a presença de cálcio se torna determinante para o selamento total ou parcial de fissuras.

### 3. FISSURAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS

#### 3.1 DEFINIÇÃO DE GEOPOLÍMEROS

Van Deventer et al. (2010) esquematizaram na Figura 2 a classificação dos materiais ativados alcalinamente a partir dos sistemas cimentantes de cimento Portland e silicoaluminosos. Os materiais álcali-ativados, mesmo englobando os geopolímeros, possuem uma área vasta que representa também matrizes que contém cálcio em sua composição. Segundo Provis e Van Deventer (2009), materiais com alto teor de cálcio apresentam, na reação de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{CaO}$  mais de 70% de gel C-(A)-S-H ((alumino)silicato de cálcio hidratado) como produto estável formado. Enquanto, em materiais de baixo teor de cálcio, com ativadores a base de sódio, o gel N-A-S-H é predominante (PROVIS e BERNAL, 2013).

Figura 2 – Classificação de matrizes cimentícias com base nas suas quantidades de Ca e Al



Fonte: Adaptado de Van Deventer et al., (2010).

No presente trabalho, o termo geopolímero corresponderá a materiais álcali-ativados com baixo teor de cálcio, desconsiderando as fontes com cálcio como precursoras do material, assim como defendido por Provis e Van Deventer (2009); Provis e Bernal (2014); Nodehi (2022); e Pinto (2006).

Os geopolímeros são definidos como materiais álcali-ativados com baixo teor de cálcio com estrutura amorfa ou nanocristalina (PINTO, 2006). Porém, autores

como Khalifa et al. (2020), Shin, Goh e Lee (2019), Griño et al. (2023) e Ohno, Kim e Li (2020) designaram o termo geopolímero a concretos e argamassas com base de escória de alto forno e cinza volante (classe F), sendo a escória, um material com presença de cálcio na sua composição. A escória de alto forno e cinza volante (classe C), de acordo com Duxson et al. (2007) e Juenger et al. (2011) se tratam de precursores para o cimento álcali-ativado, pois além de apresentar alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e sílica ( $\text{SiO}_2$ ), também contêm óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ) na sua composição.

O geopolímero apresenta propriedades cimentícias, suas bases são ricas em aluminossilicatos e ativados com solução alcalina (BOCA SANTA, 2013). O material se diferencia do cimento Portland (CP) na sua composição; enquanto o CP apresenta predominantemente  $\text{CaO}$  e  $\text{SiO}_2$ , o geopolímero é constituído por  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , sendo o primeiro em maior quantidade (BAHKAREV et al., 2005).

Em comparação ao cimento Portland, o cimento geopolimérico apresenta características que melhoram as propriedades químicas, como uma maior resistência ao choque térmico, à ácidos, ao fogo, à compressão, à flexão e ao ataque por sulfatos, menor permeabilidade e porosidade, maior força mecânica, maior durabilidade, menor retração, cura mais rápida, baixa condutividade térmica, maior módulo de elasticidade, menor fluência e maior ganho de resistência em baixas idades. Entretanto, as dificuldades encontradas no material são a baixa trabalhabilidade e dificuldade de moldagem, devido à alta viscosidade e menor tempo de pega, além da dosagem, visto a grande gama de possíveis combinações entre bases e ativadores. (ZHANG et al., 2012; PELISSER et al., 2013; BELTRAME, 2023; ELYAMANY et al., 2018)

O precursor de aluminossilicato pode ser de diversas fontes, desde que sejam ricas em aluminossilicatos amorfos ou semicristalinos e que tenham passado por processo de tratamento térmico, pois se tornam mais reativos para serem ativados pela fonte altamente alcalina. Um exemplo do citado seria o metacaulim ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ), produto da calcinação da argila (BOCA SANTA, 2012). O metacaulim apresenta um teor de 80% de material amorfo em massa, o que contribui para a formação da estrutura do geopolímero durante a fase de policondensação, fato que torna o material uma base de alta reatividade (CAI et al., 2020a; AMORIM JÚNIOR et al., 2021).

Outra possível fonte, com baixo teor de cálcio, é a cinza de casca de arroz. Esse material é proveniente da queima da casca de arroz, gerada durante o processo de moagem do arroz; para cada 1kg de arroz obtém-se 0,20 a 0,25 kg de casca de arroz (SINGH, 2018). A cinza de casca de arroz apresenta, em peso, até 90% de sílica amorfa e alta reatividade pozolânica (HOSSAIN, ROY e BAE, 2021). A aplicação desse material na presença de ativadores alcalinos resulta na formação de albita ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) e nefelina ( $\text{NaAlSiO}_4$ ), compósitos responsáveis por promover a resistência mecânica e promover estabilidade em altas temperaturas (SARAVANAN e SIVARAJA, 2017).

A solução ativadora é responsável por dissolver a sílica, oferecendo um ambiente alcalino propício à formação dos geopolímeros (MURTA, 2008). O ativador mais comum é uma mistura de silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) e de hidróxido de sódio (NaOH), mas também pode ser hidróxido de potássio (KOH), silicato de potássio ( $\text{K}_2\text{SiO}_3$ ) ou misturas entre eles (CAI et al., 2020b; ALBITAR et al., 2017; PELISSER et al., 2013). A solução ativadora também pode ser ácida, composta por fosfato de alumínio ou ácido fosfórico (LE-PING et al., 2010; KATSIKI et al., 2019; PU et al., 2022).

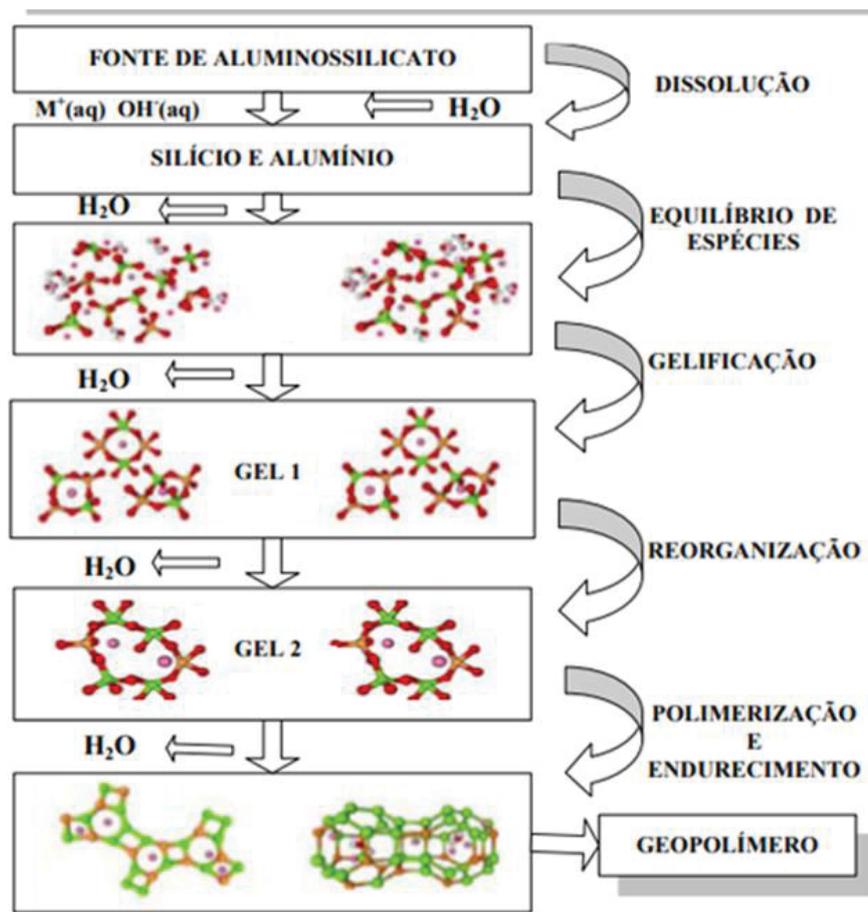
### 3.2. REAÇÃO DE GEOPOLIMERIZAÇÃO

O gel de aluminossilicato é o produto obtido da reação entre o precursor de aluminossilicato e a solução ativadora, de pH superior a 13. A fórmula geral dos geopolímeros está na Equação 1, em que M corresponde ao cátion ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  e  $\text{Ca}^{2+}$ ); p é o grau de policondensação; e z representa o tipo de estrutura oligomérica, sendo o valor 1, 2 ou 3 (DAVIDOVITS, 2015).



A reação de geopolimerização a base de metacaulim (Figura 3) tem seu início na dissolução dos aluminossilicatos em  $\text{AlO}_4^-$  e  $\text{SiO}_4^-$ , que se organizam em oligômeros (Si-O-Si e Si-O-Al) que, por sua vez, se agrupam por policondensação, formando cadeias poliméricas e constituindo o gel de aluminossilicato (DUXSON et al., 2007; BOCA SANTA, 2012).

Figura 3 – Reação de geopolimerização



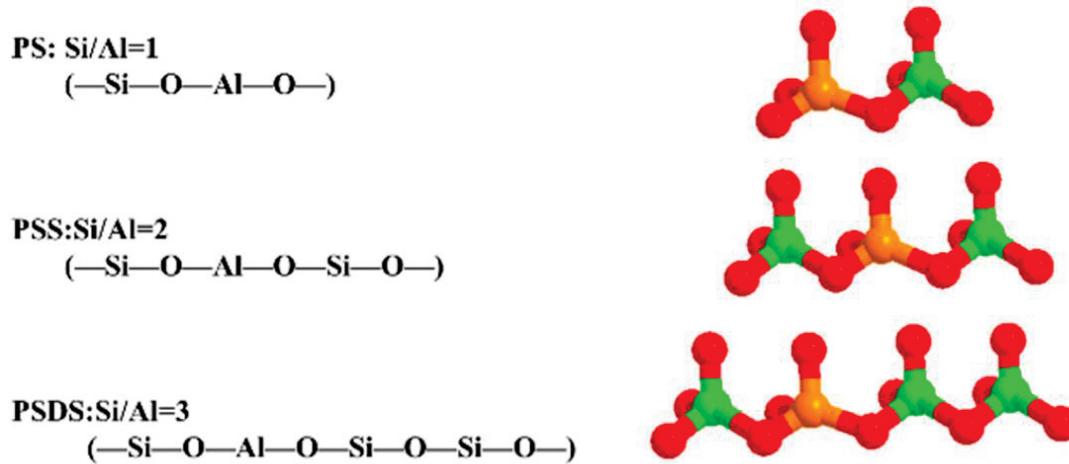
Fonte: Boca Santa (2012); Adaptado de Duxson et al., (2007).

A dissolução do aluminossilicato é dividida em três etapas, pelas diferentes fases de composição do gel. A primeira fase consiste em um gel com maior quantidade de alumínio comparado ao silicato; na segunda as proporções se igualam e a terceira fase apresenta maior quantidade de sílica no gel. Isso ocorre devido ao alumínio reagir mais rapidamente, porém suas ligações são mais fracas. Assim, o gel produto da reação contém maior quantidade de sílica na sua composição (GRANIZO et al., 2014).

A estrutura dos geopolímeros podem variar de acordo com a razão molar Si/Al, gerando três tipos de cadeia, conforme a Figura 4. Para Si/Al de 1:1, a cadeia é longa de alumínio de silício (Polissialato), para razão de 2:1, a cadeia é longa de alumínio de silício duplo (Polissialato-siloxo) e para 3:1, a cadeia é longa de alumínio de silício triplo (Polissialato-disiloxo). Os polissialatos são polímeros de cadeia e anel com  $Si^{4+}$  e  $Al^{3+}$  em coordenação de dobra IV com oxigênio ( $O^{2-}$ ), e para equilíbrio do sistema é

necessária a presença de um cátion ( $K^+$ ,  $Na^+$  e  $Ca^{2+}$ ) (SCHWAAB, 2019; WANG et al., 2021).

Figura 4 – Polissialatos do geopolímero



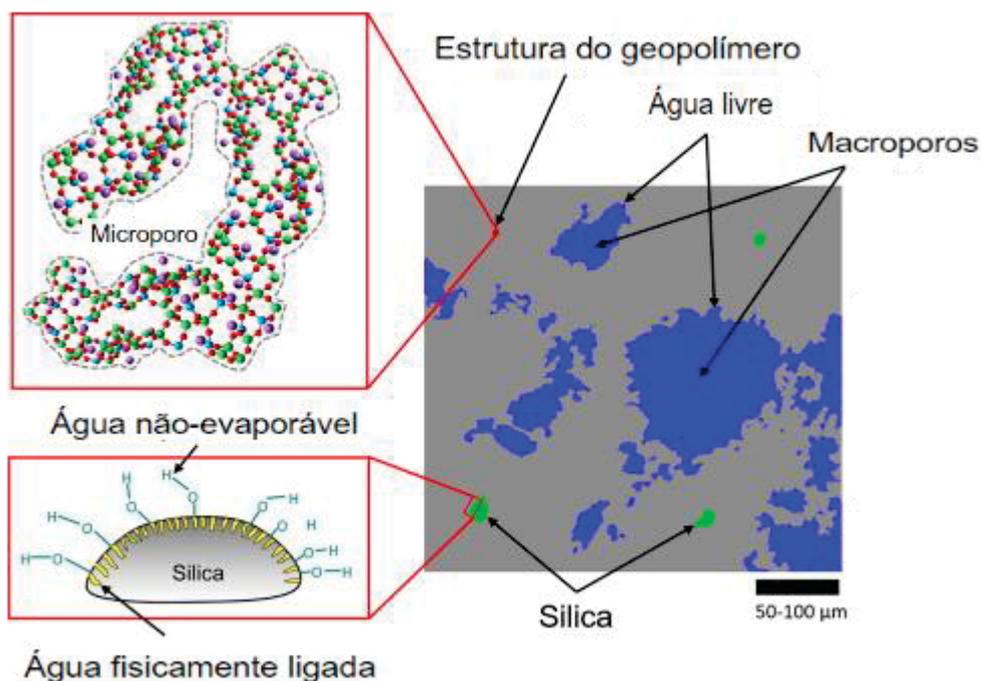
Fonte: Adaptado de Wang et al. (2021)

Na reação de geopolimerização a água é responsável pela dissolução das fases amorfas e pela trabalhabilidade. Após a ocorrência das reações a água é liberada, ficando localizada nos poros da matriz (BELTRAME, 2023).

Na matriz do material ainda são encontradas substâncias denominadas zeólitos. Essas substâncias são produtos intermediários da reação que, no futuro, formarão o gel (ZHANG et al., 2012). Entretanto, podem ocorrer casos em que essas partículas que não reagiram completamente fiquem aprisionadas dentro de partículas maiores, que em caso de completarem a reação, podem enfraquecer a matriz que já estaria endurecida, devido ao seu rápido endurecimento (BOCA SANTA, 2012). Durante a ligação dos oligômeros, são liberados os grupos hidroxila ( $OH^-$ ) que se ligam entre si e liberam um átomo de hidrogênio, formando água com o compartilhamento do oxigênio (DUXSON et al., 2007).

A microestrutura do material, esquematizada na Figura 5, é composta pelo gel, produto da reação, por partículas de sílica que não reagiram, envoltas por hidroxilas, e água livre nos poros, sejam eles microporos ou macroporos (PARK e POUR-GHAZ, 2018).

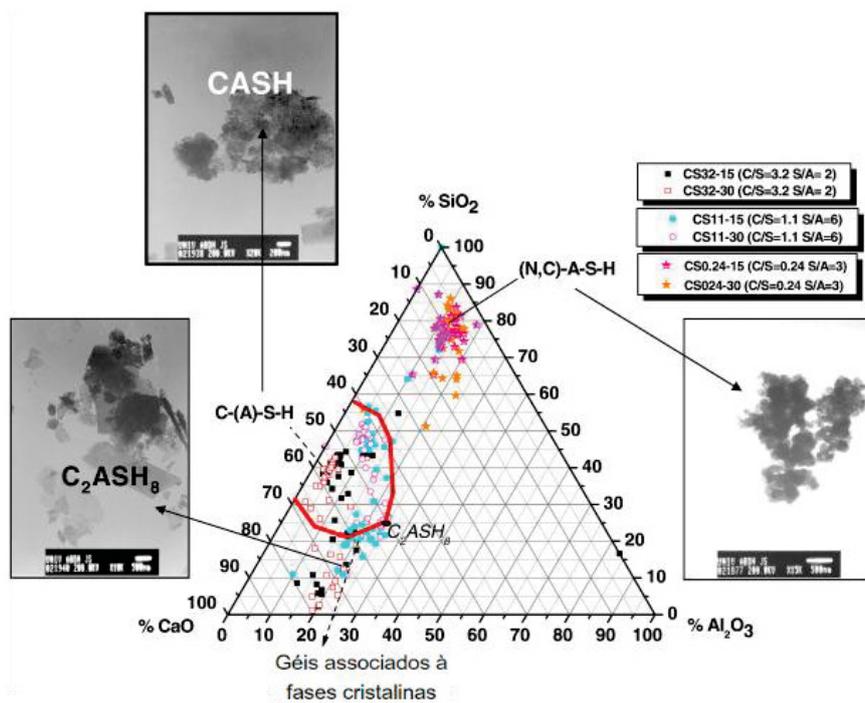
Figura 5 – Microestrutura do Geopolímero



Fonte: Adaptado de Park e Pour-Ghaz (2018)

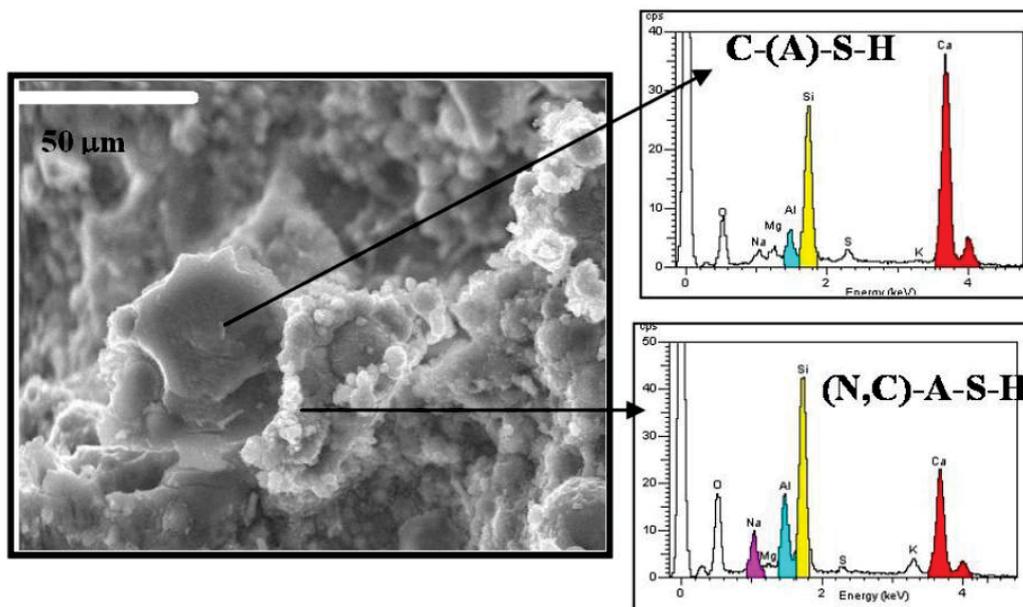
A microestrutura de geopolímeros com baixo teor de cálcio apresenta, em sua maioria, o gel N-A-S-H (hidrato de aluminossilicato de sódio), de estrutura semelhante ao zeólito. Já em materiais com alto teor de cálcio, o produto de reação é o gel C-(A)-S-H ((alumino)silicato de cálcio hidratado), com estrutura similar a tobermorita (CHEN et al., 2021). Dependendo da combinação de materiais e suas composições (Figura 6), os dois produtos podem coexistir na matriz e, em ambiente alcalino, tendem a converter o gel N-A-S-H em C-(A)-S-H, na presença de cálcio, conforme a Figura 7 (GARCÍA-LODEIRO et al., 2011; HASSAN, ARIF e SHARIQ, 2019).

Figura 6 – Géis formados conforme composição do material



Fonte: García-Lodeiro et al. (2011)

Figura 7 – Gel N-A-S-H se convertendo em C-(A)-S-H

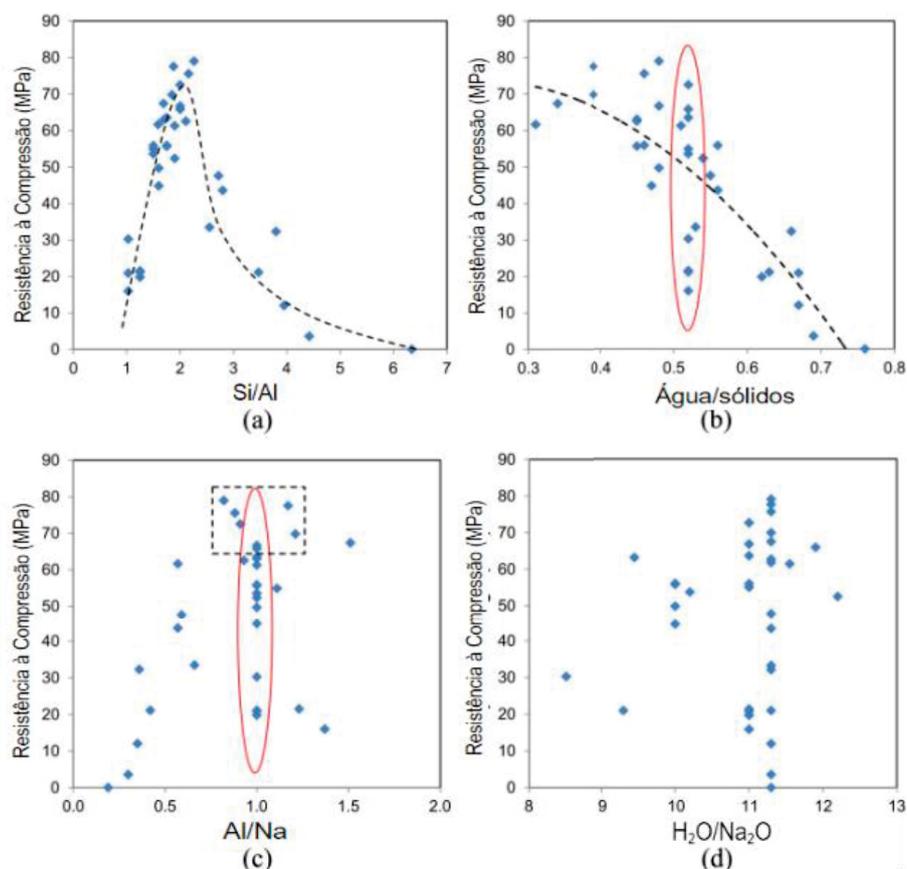


Fonte: García-Lodeiro et al. (2012)

### 3.3. FATORES QUE INFLUENCIAM NAS PROPRIEDADES DO GEOPOLÍMERO

De acordo com Lahot et al. (2017), os quatro principais parâmetros de mistura para dosagem do geopolímero são: razão Si/Al, relação água/sólidos, razão Al/Na e razão  $H_2O/Na_2O$ . Em testes com geopolímeros a base de metacaulim, Si/Al e Al/Na foram classificados como parâmetros principais em termos de resistência mecânica, o que diferencia esse material de compósitos a base de cimento Portland, uma vez que este depende diretamente da relação água/sólidos. Os pesquisadores avaliaram 35 amostras com diferentes valores de cada parâmetro e os resultados obtidos estão demonstrados na Figura 8. Os melhores desempenhos foram nas misturas com razão Si/Al próximas a 2,0, razão Al/Na em torno de 1,0, relação água/sólidos entre 0,5 e 0,6 e razão  $H_2O/Na_2O$  por volta de 11,0.

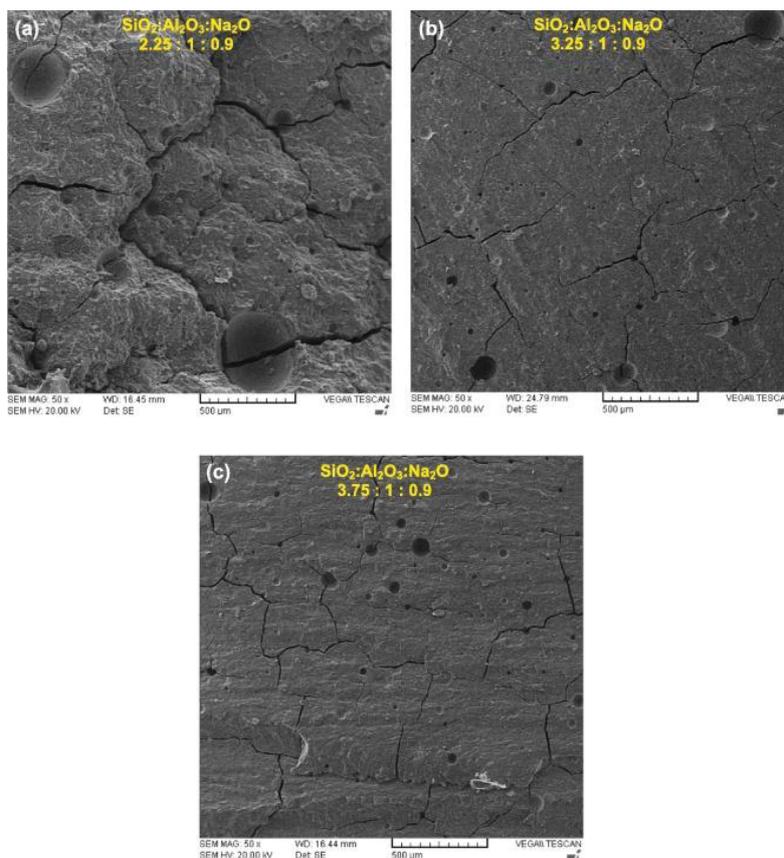
Figura 8 – Comparação de resistência à compressão em relação à (a) Si/Al (b) água/sólidos (c) Al/Na e (d)  $H_2O/Na_2O$



Fonte: Traduzido de Lahoti et al. (2017)

Riahi et al. (2020) investigaram o efeito das razões  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$  em geopolímeros com metacaulim como precursor. Os pesquisadores determinaram faixas ideais para cada parâmetro observado. Conforme os resultados, a razão de  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  deve estar entre 3 e 5, a razão  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  entre 0,9 e 1,0 e a razão  $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$  de 10 a 12,5. A Figura 9 apresenta a microestrutura dos geopolímeros com diferentes valores de razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . As imagens de MEV demonstraram que para o menor teor (2,25), o geopolímero se apresenta menos denso e com poros maiores; já o maior teor (3,75) aumenta a possibilidade de fissuras por retração, devido a menor quantidade de água presente. Nas amostras com  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  de 3,25 a microestrutura se mostrou mais homogênea e densa. O estudo ainda apontou que o parâmetro  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  é determinante para perda de massa e retração. Corpos de prova com maiores valores dessa razão apresentam menor retração, provavelmente pela menor quantidade de água presente, o que reduz sua evaporação.

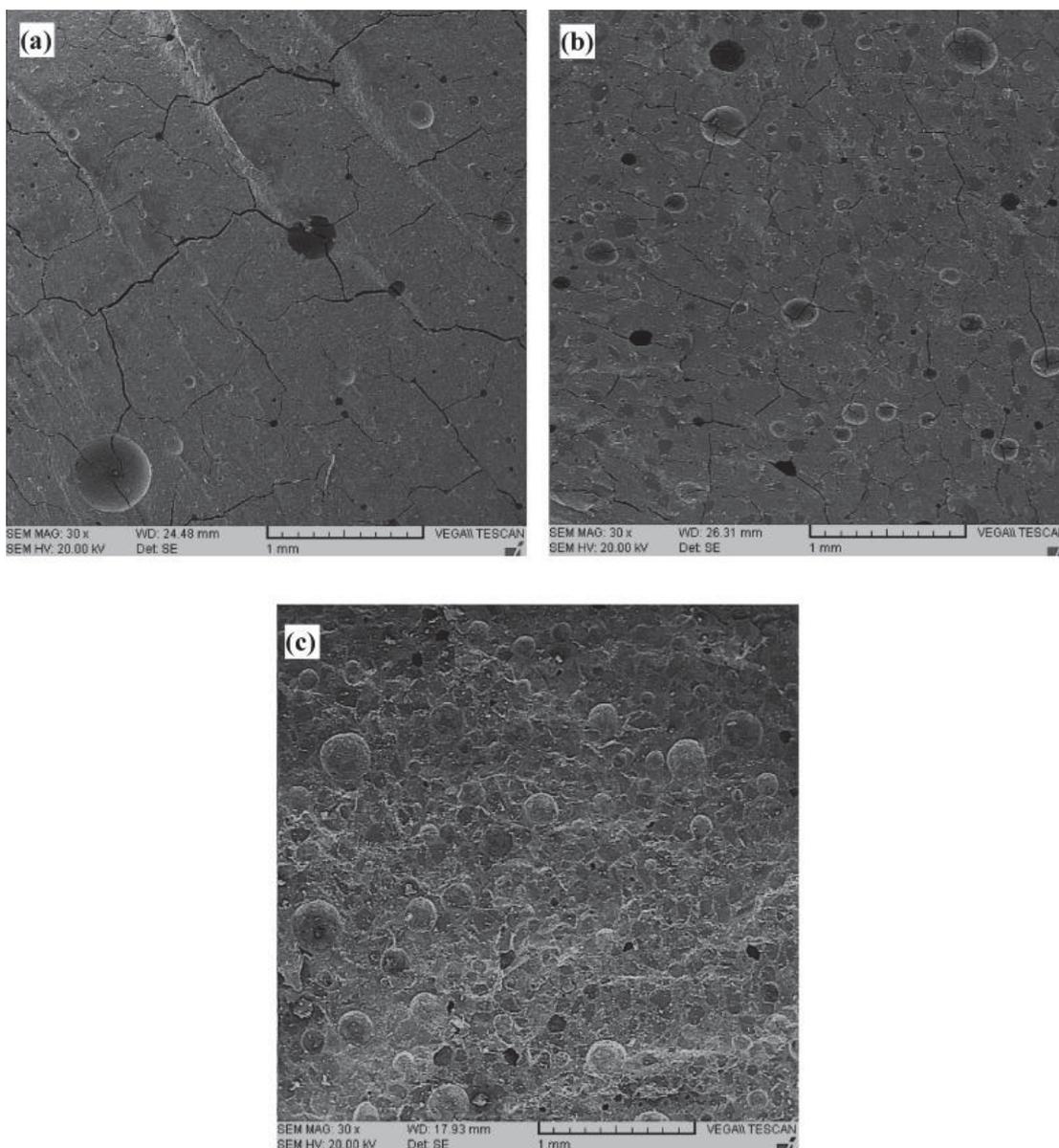
Figura 9 – MEV geopolímero com diferentes razões  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$



Fonte: Riahi et al. (2020)

No mesmo estudo os autores analisaram o efeito de incorporação de areia de sílica na mistura. Os resultados indicaram que essa adição ajudou no controle da retração e melhorou as propriedades mecânicas, reforçando a matriz geopolimérica. Imagens de MEV (Figura 10) demonstraram que a adição de 50% de areia, em peso, foi responsável por controlar a retração por secagem. A presença da areia na matriz ainda promoveu uma dissolução parcial de suas partículas, resultando em uma interface areia/geopolímero reativa (RIAHI et al., 2020).

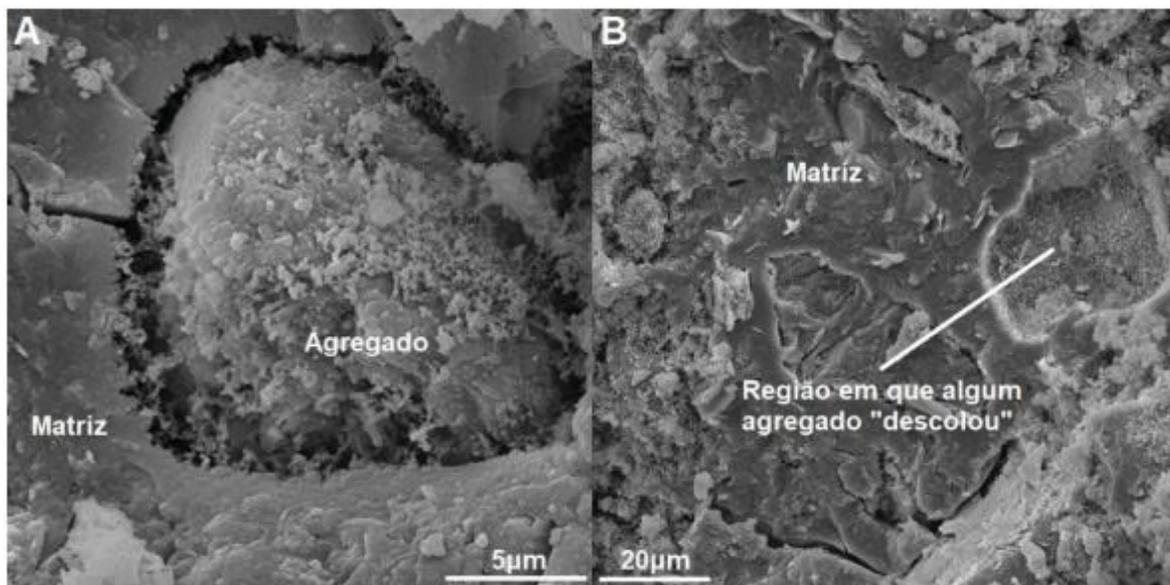
Figura 10 – MEV das amostras com adição de areia (a) 0% (b) 15% e (c) 50%



Fonte: Riahi et al. (2020)

Valenga (2023) avaliou a utilização de agregados minerais suscetíveis à reação álcali-sílica (RAS) em geopolímeros a base de metacaulim. As amostras com utilização desses agregados apresentaram menor absorção de água, indicando a redução de poros na matriz. Em relação à resistência mecânica, os valores variaram com a porcentagem de substituição do metacaulim, idade dos corpos de prova e temperatura da cura. Quando submetidos a cura de 80° C, a substituição propiciou a formação de zeólitos na matriz. Na avaliação da microestrutura, o autor observou que os agregados atuam como centros de nucleação para o produto geopolimérico ou se dissolvendo parcialmente para formação da rede geopolimérica (Figura 11).

Figura 11 – Microestrutura da matriz com 50% areia aos 7 dias de cura a 60° C (a) agregado como centro de nucleação e (b) partícula do agregado se dissolvendo



Fonte: Valenga (2023)

A combinação de ativadores tem influência direta, principalmente, nas propriedades físicas dos geopolímeros. Segundo Granizo (1998), os ativadores mais utilizados em pesquisas são: hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de potássio (KOH), carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) e silicato de potássio (K<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), principalmente misturas entre eles. Os silicatos são empregados por serem responsáveis por acelerar a reação geopolimérica, pois a sílica presente reage com a alumina livre, formando produtos com maior concentração de silício, desenvolvendo maior resistência mecânica (SEVERO et al., 2013). Os íons de sódio ou potássio na mistura também contribuem para o processo de geopolimerização, pois equilibram as

cargas para formar as redes de aluminossilicatos (SATHONSAOWAPHAK et al., 2009).

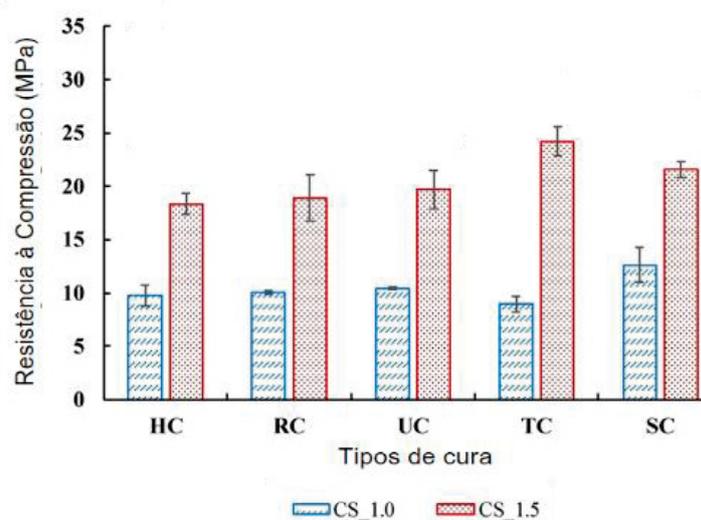
O silicato de sódio é responsável pela resistência mecânica e por tornar as reações mais lentas. Porém, se utilizado em excesso, aumenta a probabilidade de dissolução dos produtos da reação, enfraquecendo as ligações químicas e atuando contrário do seu potencial, assim diminuindo a resistência do material (PELISSER et al., 2013). O hidróxido de sódio atua na alcalinidade da mistura, promovendo a dissolução dos aluminossilicatos através da quebra das ligações químicas (ZHANG et al., 2013). A ativação alcalina por hidróxido favorece a formação dos géis N-A-S-H e C-S-H, já na ativação por silicatos o N-A-S-H é predominante (MARVILA et al. 2020).

A proporção entre os dois principais ativadores (silicato de sódio e hidróxido de sódio) é indicada entre 1,0 e 2,0, sendo o silicato em maior quantidade por promover a resistência mecânica do material (PELISSER et al., 2013). Uma combinação, na razão de 1,6, resultou em maiores valores de módulos de elasticidade e de rigidez, melhor capacidade de deformação, maior resistência à flexão, com excelente resistência a fissuração em baixas tensões. No mesmo estudo, a razão de 1,6 de ativadores proporcionou um grau de porosidade menor, quando comparado à razão de 1,0 (PELISSER et al., 2013). Outro estudo, combinando ambos os ativadores e metacaulim, resultou em resistência à compressão de até 97,9 MPa, alta resistência à flexão e módulo de elasticidade (RAMOS et al., 2018).

A cura do geopolímero também se torna uma característica fundamental para garantir as propriedades desejadas no estado endurecido, principalmente em relação à resistência mecânica. A temperatura produz efeitos de maior velocidade na dissolução, polimerização e reprecipitação da reação. De acordo com estudos, o limite de efeitos benéficos da temperatura seria por volta de 60°C através da formação acelerada do gel e redução no tamanho dos poros. Temperaturas superiores indicaram o efeito oposto, uma redução na resistência mecânica, causada pela retração por secagem e presença de microfissuras. Em temperaturas mais baixas, cerca de 20°C, a dissolução e formação do gel ocorrem mais lentamente e propiciam a formação de zeólitos de alumínio na matriz, principalmente em concentração menor de ativadores (BAKHAREV et al., 2005; CAI et al., 2020; ZHANG et al., 2012; HATTAF, 2021; LIVI e REPPETE, 2017; MO et al., 2014).

Rossi et al. (2020) compararam a resistência à compressão de amostras de metacaulim e cinzas de biomassa sob diferentes métodos de cura, sendo eles: cura térmica a 40 °C por 28 dias (TC); cura hermética à 40 °C por 28 dias (HC); cura ambiente (20 °C) com umidade de 65% por 28 dias (RC); cura ambiente de 1 dia e 27 dias submersos em água a 20 °C (SC); e cura térmica a 40 °C por 1 dia e 27 dias expostos à cura ambiente sem controle de temperatura e umidade (UC). Os melhores resultados apresentados foram os de cura térmica a 40 °C e cura ambiente com posterior submersão a 20 °C (Figura 12), evidenciando a influência do processo de cura nas reações e, conseqüentemente, nas propriedades do material. Além de variar a cura, o estudo observou o comportamento das amostras com 1,0 e 1,5 de razão entre ativadores (silicato de sódio e hidróxido de sódio), sendo a menor razão, independentemente do tipo de cura, de menor resistência mecânica, confirmando o exposto por Pelisser et al. (2013).

Figura 12 - Resistência à compressão em diferentes curas



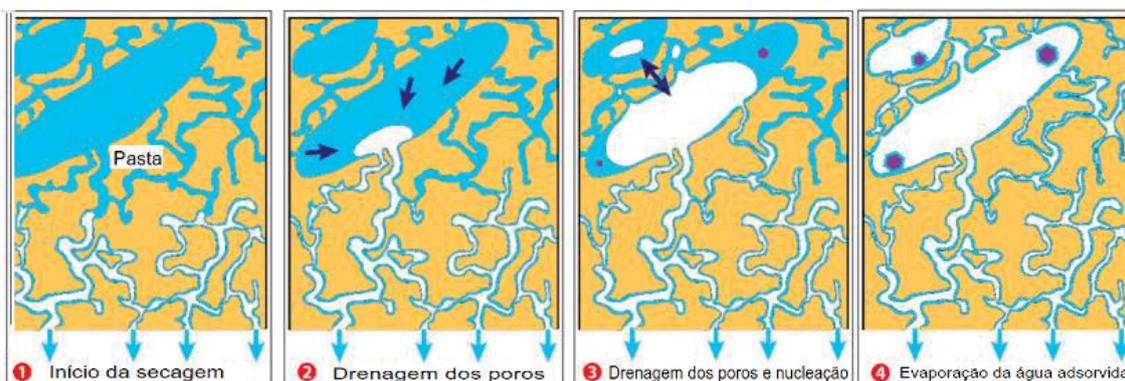
Fonte: Adaptado de Rossi et al. (2020)

No caso de utilização do metacaulim como precursor, segundo Khalifa et al. (2020), por se tratar de um mineral altamente reativo, as reações para formação do geopolímero ocorrem normalmente em temperatura ambiente. Esse tipo de cura pode variar perante a situação da superfície das amostras, podendo estar expostas ou envelopadas (AMRAN et al., 2020). O envelopamento dos corpos de prova contribui para a formação do gel, tornando a matriz mais densa e ainda contribui para evitar eflorescência (IZQUIERDO et al., 2010). Rossi et al. (2020) constataram que a

superfície exposta das amostras possibilita a evaporação de água por secagem, resultando em geopolímeros de alta porosidade e baixa resistência.

A evaporação de água dos geopolímeros deve ser controlada de modo a evitar a retração. Trincal et al. (2022) propuseram um mecanismo de secagem dos geopolímeros de metacaulim e da retração do material (Figura 13). Os autores dividiram o mecanismo em 4 etapas, com diferentes níveis de retração.

Figura 13 - Mecanismo de retração dos geopolímeros



Fonte: Traduzido de Trincal et al. (2022)

A primeira etapa consiste no esvaziamento dos poros capilares na superfície dos corpos de prova. A saída da água gera tensões nos poros que por sua vez geram retração, isso ocorre a partir do início da cura. A retração é proporcional à secagem até que os poros capilares percam toda sua água. Com o passar do tempo se inicia o esvaziamento dos poros de maior dimensão, caracterizando a segunda etapa, em que a retração ocorre de maneira mais lenta (TRINCAL et al., 2022).

A terceira etapa se refere às condições de equilíbrio nos poros da matriz. O ambiente alcalino, com a redução da quantidade de água, aumenta a concentração de íons nos poros até atingir o limite de saturação. A partir disso, os compostos precipitam e, com interação na atmosfera, formam carbonatos. Como ainda existe água nos poros maiores nessa etapa, a retração ocorre de forma mais lenta. A quarta, e última etapa, é caracterizada por uma maior retração, uma vez que a água adsorvida nas paredes dos poros e na superfície dos sais na microestrutura irá evaporar, o que aumenta as tensões internas na matriz (TRINCAL et al., 2022).

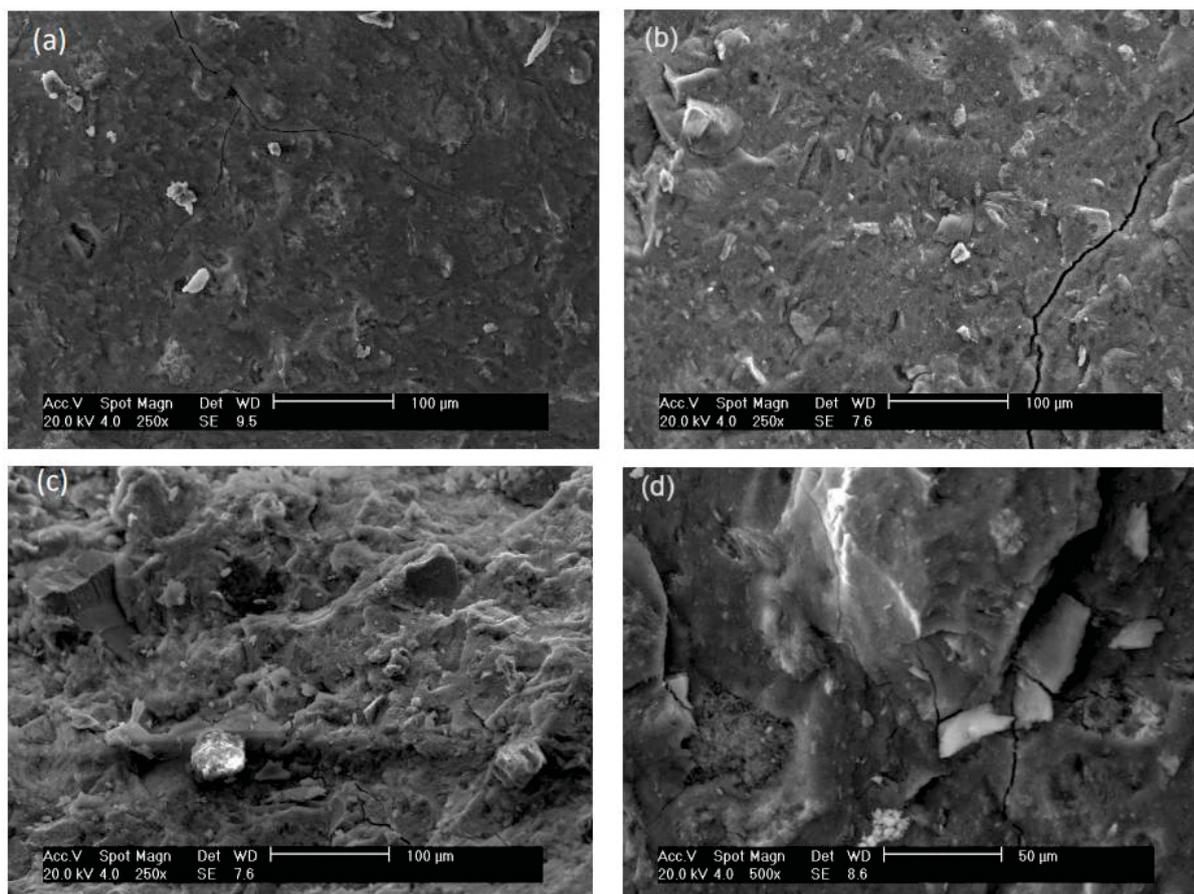
### 3.4. INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CÁLCIO EM GEOPOLÍMEROS

Em geopolímeros, a presença do óxido de cálcio não é comum, mas pode estar presente também por meio de impurezas ou adições, caracterizando a coexistência de dois tipos de géis: o N-A-S-H (sílico aluminato de sódio hidratado) e o C-S-H (silicato de cálcio hidratado – mesmo do cimento Portland), ou na forma C-(A)-S-H (sílico (aluminato) de cálcio hidratado), quando substituída por alumínio (KHALID et al., 2018; ROZEK et al., 2019).

Estudos comprovaram que a autocicatrização em compósitos geopoliméricos é potencializada na presença de cálcio, uma vez que os produtos formados têm esse elemento na sua composição (HUANG et al, 2016; WANG et al., 2018). A adição de cal hidratada nas misturas pode trazer ganhos em termos de resistência mecânica, conforme comprovado por Ma et al. (2022), que constataram o aumento de 7 vezes na propriedade para 8,8% de adição. No mesmo estudo, a cal foi capaz de refinar poros da matriz, isso através da formação do gel C-(A)-S-H.

Yang et al. (2022) explicaram o comportamento de geopolímeros frente a três teores de cal hidratada (4%, 11% e 19%). Todo o  $\text{Ca(OH)}_2$  das amostras com menor porcentagem foi consumido nas reações de geopolimerização. Já nas amostras de maior teor houve a formação de gel C-S-H diretamente proporcional à adição de cal hidratada. Mijarsh, Johari e Ahmad (2015) realizaram um experimento semelhante e constataram a formação de C-S-H e C-(A)-S-H em amostras com incorporação de cal hidratada.

Ribeiro (2012) avaliaram o comportamento de pastas geopoliméricas variando a relação molar de  $\text{CaO/SiO}_2$  de 0,05, 0,10 e 0,15. Nas amostras com razão 0,05 e 0,10 foi observado a quebra das cadeias poliméricas, o que aumenta a mobilidade das moléculas. Já nas amostras de 0,15, o íon de cálcio estabiliza as cargas de dois íons alumínio diferentes, proporcionando a aproximação das cadeias. Na análise microestrutural (Figura 14) o autor também identificou a formação de C-S-H na matriz geopolimérica, responsável pelo aumento na resistência à compressão, principalmente nas amostras com maior teor de óxido de cálcio (0,15).

Figura 14 - MEV em relação a CaO/SiO<sub>2</sub> (a) 0 (b) 0,05 (c) 0,10 e (d) 0,15

Fonte: Adaptado de Ribeiro (2012)

Os pesquisadores Yip, Lukey e Van Deventer (2005), Mijarsh, Johari e Ahmad (2015) e Yang et al. (2022) observaram a formação de C-S-H na matriz geopolimérica devido à presença de cálcio. Ainda, a microestrutura apresenta uma otimização da estrutura de poros, responsável pelo aumento da resistência à compressão, isso devido a formação de C-S-H na matriz (MA et al., 2022). Portanto, os compostos de cálcio apresentam benefícios, principalmente em relação às propriedades mecânicas dos geopolímeros, pois contribuem para formação de produtos como C-S-H e C-(A)-S-H, sendo este obtido a partir do N-A-S-H, que refinam a estrutura do material (GARCÍA-LODEIRO et al., 2011).

### 3.5. DEFINIÇÃO DE AUTOCICATRIZAÇÃO

Os métodos de fissuração são aplicados com a finalidade de observar o potencial de autocicatrização das matrizes. Autocicatrização no concreto é a capacidade do material de reparar danos com autonomia (LUHAR, LUHAR e SHAIKH, 2021). O RILEM Technical Committee (2013) define a autocicatrização como processo que envolve a recuperação do próprio material, que previamente foi prejudicado com algum agente nocivo ou ação deletéria, e aperfeiçoa seu desempenho. O mecanismo pode ocorrer de maneiras diferentes, sendo elas: autógena e autônoma. Essas categorias apresentam resultados significativos, em termos de durabilidade, quando expostas a determinadas situações e ambientes de exposição (HUANG et al., 2016).

A autocicatrização autógena consiste na regeneração do concreto preenchendo vazios e eventuais fissuras sem interferência externa, similar ao que ocorre no corpo humano (DE BELIE et al., 2018). Ou seja, a autocicatrização é considerada autógena quando os materiais utilizados para a regeneração não foram configurados para tal, estando presente na matriz para outros fins (RILEM 221 – SHC, 2013).

Esse mecanismo pode ser promovido por alguns fatores como inchamento, hidratação contínua e causas mecânicas. O inchamento resulta da absorção de água pela pasta, ocupando espaços disponíveis, se tratando de um efeito físico. Tal fator sela fissuras menores que 0,1 mm, mas após a secagem do concreto as aberturas tendem a reaparecer (EDVARDSEN, 1996).

A hidratação contínua por si só não é capaz de selar fissuras, mas combinada ao inchamento pode autocicatrizas aberturas de até 0,1 mm. Esse fator consiste na reação entre o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) e o dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ), formando como produto o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) que atua como uma barreira na fissura, impedindo o fluxo de água. Dentre as causas mecânicas estão o fraturamento do material e sedimentação de partículas, no qual as partículas mais finas são transportadas pela água e podem ser depositadas nas aberturas de modo que as vedem (EDVARDSEN, 1996; RILEM 221 – SHC, 2013).

A autocicatrização autógena é limitada a fissuras menores, geralmente até 100  $\mu\text{m}$ , mas podendo chegar a 200  $\mu\text{m}$  em casos específicos. Esse tipo de

autocicatrização depende da presença de água para ocorrer, fatores que caracterizam o mecanismo pelo difícil controle e pela demora em cicatrizar (DE BELIE et al., 2018). Diante disso, a autocicatrização autônoma tem a vantagem de ser mais eficiente, principalmente considerando o selamento das fissuras.

A autocicatrização autônoma é caracterizada pela adição de componentes ou materiais na mistura com a finalidade de regenerar a matriz, de modo que esses materiais não seriam encontrados na mistura de outra forma (RILEM 221 – SCH, 2013), ou seja, o processo de autocicatrização ocorre como consequência das adições na mistura (OLIVEIRA, 2019).

As adições podem ser de materiais com propriedades pozolânicas, como por exemplo a cinza volante, promovendo a hidratação contínua com alto potencial de cicatrização (MOREIRA, 2016). Zhang, Qian e Ma (2014) estudaram o efeito de três teores de cinza volante incorporado ao concreto convencional e constataram que as microfissuras de pré-carregamento foram preenchidas com carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e silicato de cálcio hidratado (C-S-H) após a cura com água. O material em maior teor acaba por aumentar a deformabilidade e reduzir a resistência à compressão.

Outra forma de promover a autocicatrização é a utilização de adições expansivas e cristalizantes, no qual a presença de água é fundamental para a formação dos produtos da autocicatrização (HUANG et al., 2016; WANG et al., 2018). Wang et al. (2019a) relatam que o principal problema para a utilização de adições autocicatrizantes é a necessidade muitas vezes de aplicar uma técnica de encapsulamento eficiente a longo prazo, para que a autocicatrização ocorra apenas quando for necessária.

A adição expansiva, usualmente composta por sulfoaluminato de cálcio ( $3\text{CaO}\cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot \text{CaSO}_4$ ), apresenta um potencial de compensação de retração, pois tem a função de gerar etringita ao reagir com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (WANG et al., 2019a; SISOMPHON; COPUROGLU; KOENDERS, 2012). Já a adição cristalizante tem o seu princípio ativo  $\text{M}_x\text{R}_x$  reagindo com o  $\text{C}_3\text{S}$  do cimento, na presença de água, formando hidrato de silicato de cálcio e de precipitado ( $\text{M}_x\text{CaR}_x\cdot (\text{H}_2\text{O})_x$ ) nas microfissuras e poros capilares, aumentando a resistência à penetração de água sob pressão (ACI, 2016; ROIG-FLORES et al., 2016, WANG et al., 2019a).

Diversos fatores contribuem para a excelência ou deficiência da autocicatrização. Dentre eles estão as condições de exposição do material, com a evidência de que a presença de água é fundamental para a ocorrência do processo (HUANG, et al., 2016; WANG et al., 2019a).

Lauch, Desmettre e Charron (2022) explicaram a autocicatrização em cimento Portland frente a três ambientes de exposição: imersão em água, ciclos de imersão e secagem e ao ar livre. A primeira condição apresentou autocicatrização média de 84% em 3 meses, enquanto o segundo ambiente obteve 93% no mesmo período. Já a exposição ao ar livre, pela falta de água, registrou 71% de autocicatrização em 1 ano. Os resultados comprovaram que as condições de exposição afetam o mecanismo, sendo mais efetivo na presença de água.

### 3.6 AUTOCICATRIZAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS

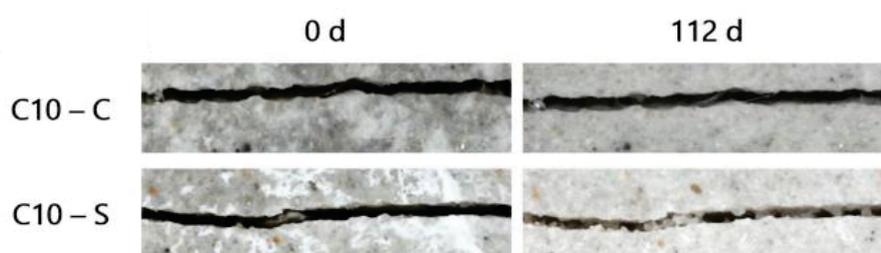
Em geopolímeros, a autocicatrização pode ser potencializada pela adição de fontes de cálcio na mistura, de modo a promover a formação do gel C-S-H e C-(A)-S-H (GARCÍA-LODEIRO et al., 2011; KHALID et al., 2018; ROZEK et al., 2019). Borçato e Medeiros-Junior (2024) avaliaram a autocicatrização em pastas geopoliméricas à base de metacaulim, com adição autocicatrizante (expansiva e cristalizante). Os resultados apontaram que a adição expansiva resultou na diminuição da resistência à compressão, isso devido ao enxofre da adição ter reagido com o alumínio do metacaulim, ficando indisponível para as reações de geopolimerização. Em relação a adição cristalizante, a resistência apresentou o efeito contrário, devido a densificação da matriz, as amostras apresentaram maior resistência mecânica.

Para geopolímeros, não há um consenso da melhor forma de exposição para a autocicatrização. Ohno, Kim e Li (2020) compararam o ambiente de imersão em água com a exposição ao ar em amostras de cinza volante, o estudo determinou que a presença de água é importante para a formação de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  nas fissuras, não sendo detectado esse produto nas amostras expostas ao ar.

Borçato (2023) avaliou a autocicatrização em geopolímeros de metacaulim com as condições de exposição de imersão em água (S) e de ciclos de molhagem/secagem (C), por um período de 112 dias. Os resultados apontaram que

a exposição por imersão foi mais eficiente para autocicatrização do material, uma vez que promove a disponibilidade de água e carbonatos ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) para formação de calcita. A Figura 15 apresenta um comparativo do selamento parcial de fissuras nas amostras sob condições de imersão e de ciclos.

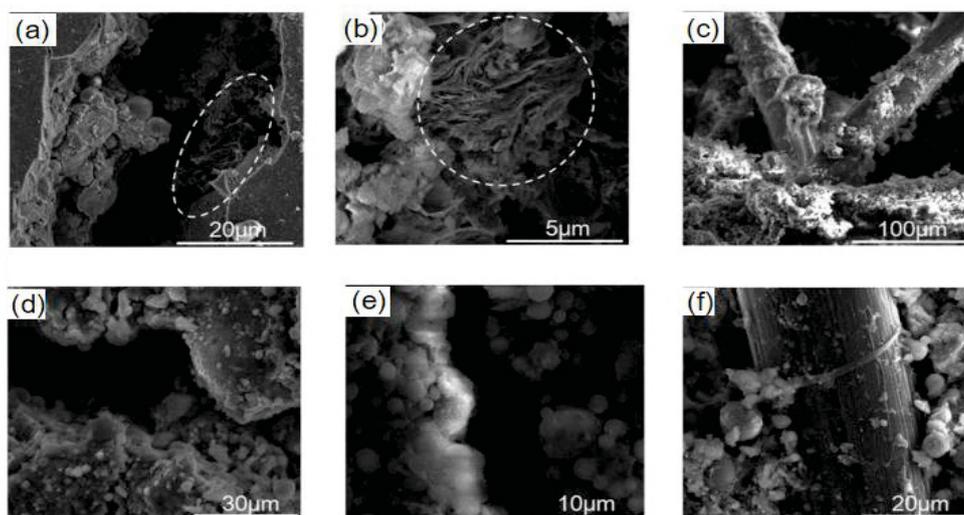
Figura 15 - Análise microscópica do selamento parcial das fissuras nas amostras sob condições de ciclos (C) e imersão (S) nas idades de 0 e 112 dias



Fonte: Adaptado de Borçato (2023)

Em contrapartida, Kan et al. (2019), ao compararem a exposição de corpos de prova de cinza volante (classe F) ao ar e a ciclos de molhagem/secagem, a condição de exposição ao ar se mostrou mais favorável à autocicatrização. Na pesquisa, a água atuou como meio de transferência de reações, comportamento que dificultou a formação dos géis de aluminossilicatos, produtos da cicatrização (Figura 16). Além disso, a presença de água, pelo efeito de diluição, pode reduzir o pH e dificultar as reações de geopolimerização (KAN et al., 2019).

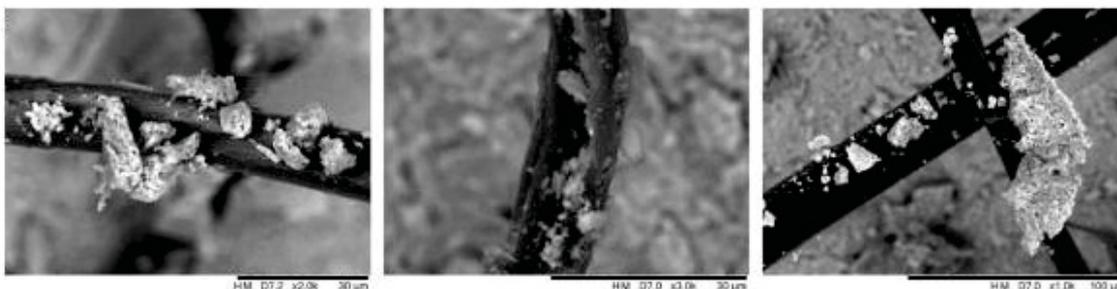
Figura 16 - Análise microestrutural das amostras (a), (b) e (c) exposição ao ar e (d), (e) e (f) imersão



Fonte: Adaptado de Kan et al. (2019)

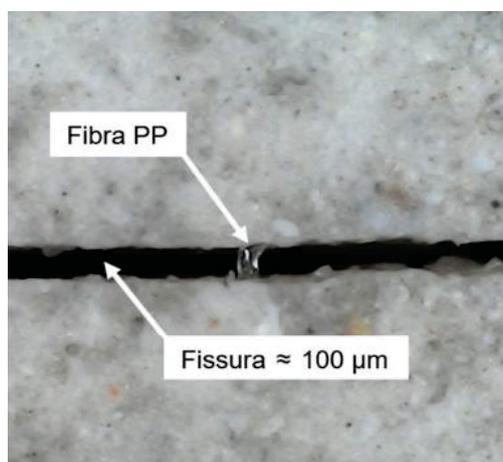
Além das condições de exposição, a presença de fibras também desempenha um papel importante na autocicatrização. De acordo com Oliveira et al. (2022), a incorporação de fibras de polipropileno em pastas de cimento Portland proporcionou a nucleação e precipitação de produtos de hidratação na superfície da fibra (Figura 17), além da contribuição para o intertravamento mecânico. Em amostras geopoliméricas, Borçato (2023) também incorporou esse material e, além da nucleação, teve o objetivo de controlar a abertura das fissuras (Figura 18).

Figura 17 - Produtos de hidratação precipitados na superfície das fibras



Fonte: Adaptado de Oliveira et al. (2022)

Figura 18 - Presença de fibras para controle de abertura de fissuras



Fonte: Adaptado de Borçato (2023)

As pesquisas mais recentes sobre a autocicatrização em geopolímeros estão listadas na Tabela 1. Conforme a quantidade de estudos e datas de publicação, é possível perceber que o tema ainda foi pouco explorado. Os artigos que utilizaram algum material com fonte de cálcio, seja escória ou cinza volante, foram destacados para salientar que tratam de materiais álcali-ativados, e não geopolímeros. Também é possível observar que o foco dos estudos é a autocicatrização, sendo o método de obtenção da fissura pouco detalhado na maior parte das pesquisas.

Tabela 1 – Pesquisas recentes sobre autocicatrização em geopolímeros

<b>Autor</b>	<b>Base</b>	<b>Ativador</b>	<b>Material</b>	<b>Método de Fissura</b>	<b>Agente cicatrizante</b>	<b>Fibras</b>
KAN et al. (2019)	Metacaulim e Cinza volante	Silicato e hidróxido de sódio	Argamassa	Tração (tensão uniaxial)	-	PVA
ALSHAAER (2020)	Metacaulim	Silicato e hidróxido de sódio	Pasta	Flexão a 3 pontos	-	Sintéticas e naturais
GUO e YANG (2020)	Cinza volante*	Silicato e hidróxido de sódio	Pasta	Tração (tensão uniaxial)	Escória	-
OHNO, KIM e LI (2020)	Cinza volante	Silicato e hidróxido de sódio	Argamassa	Tração (tensão uniaxial)	-	Polipropileno
ULUGÖL et al. (2021)	Escória e resíduos (tijolo, telha, vidro e concreto) *	Silicato e hidróxido de sódio	Argamassa	Flexão a 3 pontos	-	Polietileno e Nylon
GARCES et al. (2021)	Cinza volante*	Silicato e hidróxido de sódio	Concreto	-	Microcápsulas de ativadores alcalinos	-
POLAT e ULYSAL (2021)	Metacaulim e escória*	Silicato e hidróxido de sódio	Argamassa	Flexão a 3 pontos	Bactéria <i>Sporosarcina Pasteurii</i>	PVA
ROSS et al. (2022)	Cinza volante	Hidróxido de sódio	Concreto	Choque térmico	Solução de ativador	-
TANYILDIZI et al. (2022)	Metacaulim	Silicato e hidróxido de sódio	Argamassa	Flexão a 3 pontos	Bactéria <i>Sporosarcina Pasteurii</i>	-
BORÇATO (2023)	Metacaulim	Silicato e hidróxido de sódio	Pasta	Compressão diametral	Agente expansivo e adição cristalizante	Polipropileno
KEANE et al. (2023)	Metacaulim	Metassilicato e hidróxido de potássio	Pasta	Estufa a 90°C por 5h	Pó de vidro e alumina	-
OZEN et al. (2023)	Metacaulim	Silicato de potássio	Pasta	Compressão	Cápsulas de silicato de potássio	-

\* Apesar de nos trabalhos originais serem denominados de geopolímeros, tratam-se de materiais álcali-ativados, devido ao alto teor de cálcio.

Fonte: A autora (2024).

O uso das bactérias, segundo Huang et al. (2016), é difícil, uma vez que exige incorporação de nutrientes, bactérias e esporos na matriz, isso em um ambiente controlado. O corpo de prova, ao ser fissurado, permite a entrada de água e outros nutrientes, fazendo com que a bactéria cresça, produzindo  $\text{CaCO}_3$ , substância capaz de selar as fissuras. Tal tipo de agente autocicatrizante mostra resultados promissores, porém sua aplicabilidade fica limitada, principalmente considerando a larga escala e condições fora do laboratório. Por este motivo, os trabalhos que utilizaram bactérias como agentes autocicatrizantes não serão detalhados nessa dissertação.

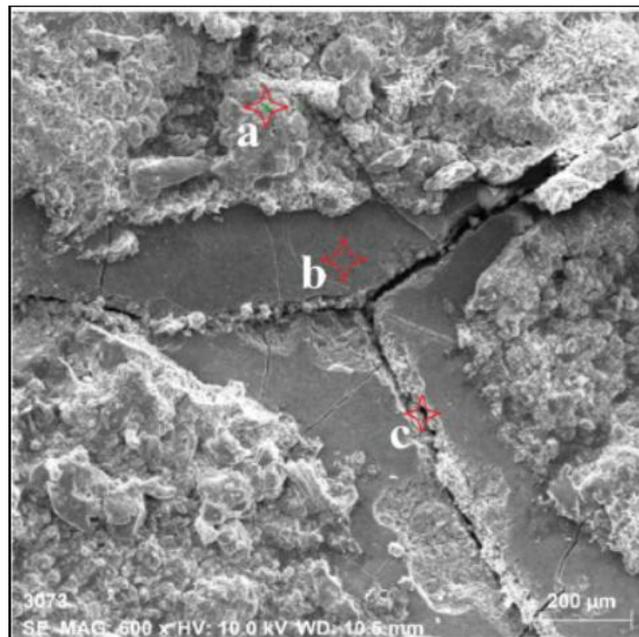
A autocicatrização pode ser induzida pelo método de fissuração a partir do princípio de temperaturas elevadas (900 °C). Keane et al. (2023) realizaram a exposição dos corpos de prova, de metacaulim e metassilicato de potássio, a tal temperatura pelo período de 5 horas. Durante o período de 10 dias, os autores observaram aumento de densidade e redução de porosidade. As amostras foram submetidas à condição de exposição a cloreto de sódio e de potássio, entretanto, o meio não reagiu com o geopolímero (KEANE et al., 2023). Dessa forma, assim como a utilização de bactérias, a fissuração a altas temperaturas se mostra promissora, porém tem sua aplicabilidade limitada.

A incorporação de fibras pode ajudar na indução de fissuras para autocicatrização; tal material foi aplicado por Kan et al. (2019), Alshaaer (2020) e Ulugöl et al. (2021). O primeiro grupo de cientistas utilizou amostras de metacaulim e cinza volante, com incorporação de fibras de PVA. Os corpos de prova foram submetidos a carregamentos por tração direta e posteriormente analisados sob duas condições de exposição: ciclos de molhagem/secagem e exposição ao ar por 20 dias. Quando submetidos a ensaios de resistência à tração, as argamassas autocicatrizadas obtiveram melhores resultados que amostras não fissuradas, evidenciando além do selamento das fissuras, o ganho de resistência do material (KAN et al., 2019).

Alshaaer (2020) comparou as propriedades mecânicas das amostras de metacaulim com fibras sintéticas e naturais antes e após a autocicatrização. O método de fissuração adotado foi de flexão a 3 pontos e posteriormente os corpos de prova foram expostos ao ar pelo período de 30 dias, sendo acrescentado água a cada 3 dias

para manutenção da umidade. A comparação, no período analisado, demonstrou a recuperação parcial das suas propriedades. A microestrutura (Figura 19) das amostras apontou para formação de produtos alcalinos e amorfos, com presença de cálcio, sódio e magnésio.

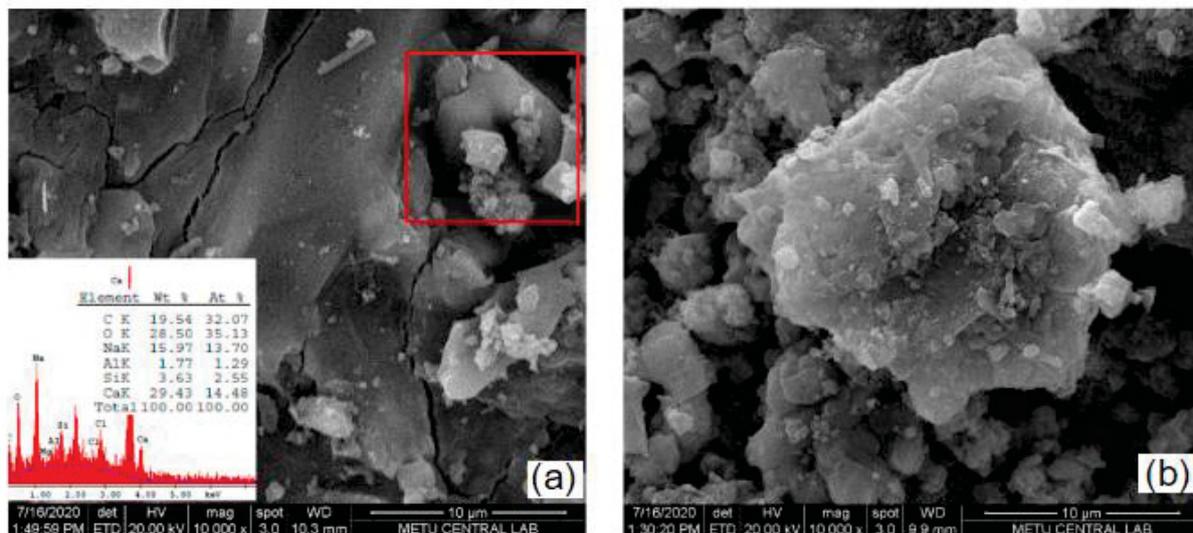
Figura 19 - Microestrutura na região das fissuras (a) matriz geopolimérica, (b) fase ligante do geopolímero e (c) produtos da autocicatrização



Fonte: Adaptado de Alshaaer (2020)

Ulugöl et al. (2021) construíram seus traços com base em resíduos de tijolo, telha, vidro e concreto combinados com escória; na mistura ainda foram acrescentadas fibras de polietileno e Nylon. As condições de exposição pós fissuração, via compressão diametral, foram ciclos de umedecimento/secagem, apresentando resultados semelhantes as amostras de referência (cimento Portland). A microestrutura dos corpos de prova (Figura 20) evidenciou a coexistência de carbonatos de sódio e de cálcio na matriz, além da presença de partículas de tijolo não reagidas. Os autores concluíram que a capacidade de autocicatrização depende da disponibilidade de cálcio e de sódio das misturas, presentes nas matérias-primas e nos ativadores. O hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) atua acelerando as reações iniciais e a combinação de silicato e hidróxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  e  $\text{NaOH}$ ) viabilizam uma maior taxa de geopolimerização a longo prazo (ULUGÖL et al., 2021).

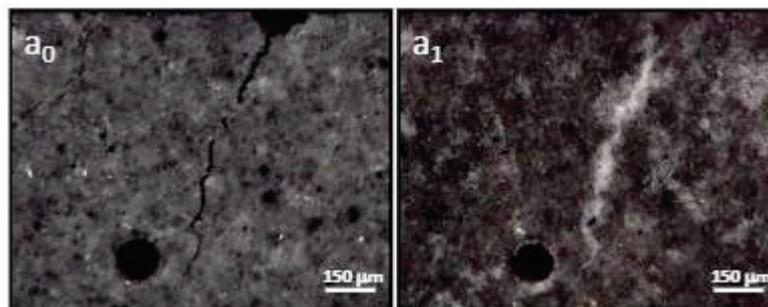
Figura 20 - Microestrutura das amostras (a) carbonato de sódio e de cálcio e (b) partícula de tijolo não reagida



Fonte: Adaptado de Ulugöl et al. (2021)

Ohno, Kim e Li (2020) optaram por promover a autocicatrização em pastas com cinza volante, ativadas por silicato e hidróxido de sódio, com incorporação de fibras de polipropileno. As fissuras foram induzidas por tensão uniaxial e os corpos de prova expostos ao ar e à imersão. Na última condição, os autores observaram que, em 120 dias, a água auxiliou na formação de aluminossilicato para cicatrização, conforme a Figura 21. Além disso, os autores observaram que períodos de exposição mais longos tendem a aumentar a eficiência da autocicatrização (OHNO, KIM e LI, 2020).

Figura 21 - Autocicatrização das amostras sob imersão (a<sub>0</sub>) pré-carregamento (a<sub>1</sub>) 120 dias de exposição

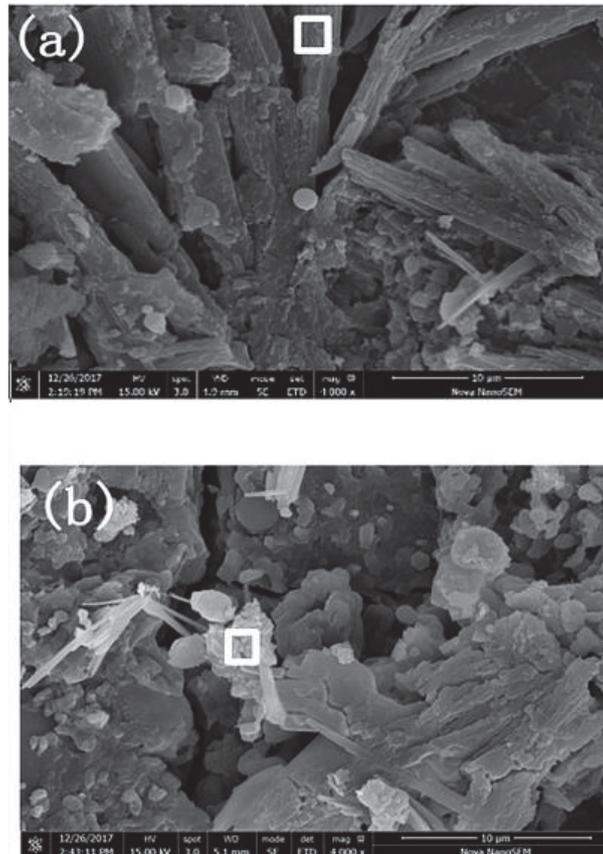


Fonte: Ohno, Kim E Li (2020)

Na reação de geopolimerização, o gel N-A-S-H é formado devido a presença do silicato de sódio como ativador (KAN et al., 2019; ALSHAAER, 2020; GUO e YANG, 2020; OHNO, KIM e LI, 2020; OZEN et al., 2023). Guo e Yang (2020) avaliaram a autocicatrização das fissuras, induzidas por tensão uniaxial, em pastas

de cinza volante com adição de escória sob condições de exposição ao ar. Em termos de resistência mecânica, as amostras apresentaram recuperação de 51% da resistência à tração no período de 21 dias de exposição. Pelo fato de os materiais apresentarem alto teor de cálcio na sua composição, o gel C-S-H é formado. Devido a reação geopolimérica, também são encontradas estruturas de N-A-S-H na microestrutura, conforme a Figura 22.

Figura 22 - Microestrutura das amostras com formação de (a) gel C-S-H e (b) gel N-A-S-H



Fonte: Adaptado de Guo e Yang (2020)

Outra forma de promover a autocicatrização é a partir da inserção da solução alcalina, seja por meio de microcápsulas – como Garces et al. (2021) – ou por imersão – como Ross et al. (2022). As microcápsulas apresentaram resultados significativos em termos de autocicatrização. Entretanto, Garces et al. (2021) criticam a forma de produção das microcápsulas, uma vez que demandam um maior consumo de energia e aumentam o impacto ambiental do concreto. Os autores comprovaram a autocicatrização do geopolímero através da análise de permeabilidade dos corpos de prova – antes e depois da fissuração e após a autocicatrização (ROSS et al., 2022). Ozen et al. (2023) também avaliaram a utilização de microcápsulas para promover a

autocicatrização. As cápsulas eram compostas de silicato de potássio, mesmo ativador utilizado nas pastas. Os resultados apontaram que o agente é capaz de selar, com aluminossilicatos, fissuras de até 15  $\mu\text{m}$  induzidas por compressão, e a condição de 100% de umidade a 60°C resultou em uma microestrutura mais densa.

Borçato (2023) variou teores de cal hidratada, adição cristalizante e agente expansivo, todos com 0,4% em volume de incorporação de fibras de polipropileno, em pastas de geopolímeros. As amostras foram submetidas a fissuração por compressão diametral e posteriormente foram expostas às condições de ciclos de molhagem/secagem, sendo 3,5 dias submersos em água a 20°C e 3,5 dias de exposição ao ar com a temperatura de 20° C e UR de 60%, totalizando 112 dias de exposição.

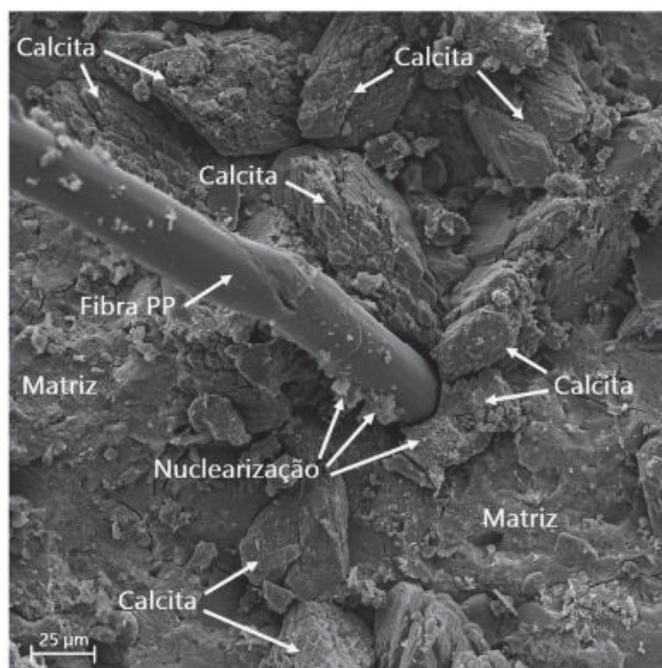
Os resultados foram melhores para os traços com cal e fibras, seguido pela mistura com cal, fibras e adição cristalizante. Dentro da variação dos teores de 0, 5 e 10%, o maior teor obteve um selamento parcial das fissuras. O autor observou a formação de gel C-(A)-S-H como produto da autocicatrização (Figura 23). A microestrutura das amostras evidenciando a nuclearização de compostos autocicatrizantes promovida pelas fibras é mostrada na Figura 24.

Figura 23 - Microestrutura dos compostos formados



Fonte: Borçato (2023)

Figura 24 - Microestrutura com nuclearização das fibras



Fonte: Borçato (2023)

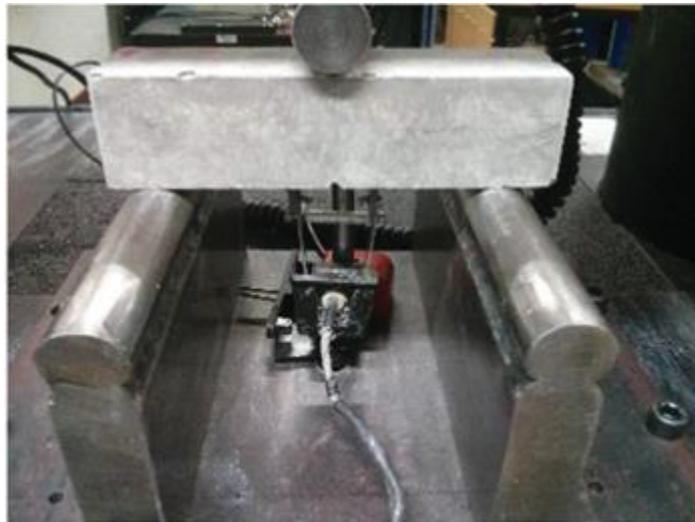
### 3.7 FISSURAÇÃO EM GEOPOLÍMEROS

A partir dos artigos publicados sobre o assunto e discutidos até aqui, nota-se que são vários os métodos de fissuração que podem ser aplicados nos geopolímeros para estudo da autocicatrização. Contudo, cada método de fissuração tem um mecanismo de atuação diferente, pouco detalhado nas pesquisas. Por exemplo, Kan et al. (2019), Guo e Yang (2020) e Ohno, Kim e Li (2020) optaram pela fissuração através do método de tensão uniaxial, porém cada um aplicou de uma forma diferente.

Kan et al. (2019) utilizaram um pré-carregamento de tensões de tração a 1, 2 e 3%, a força uniaxial foi aplicada a uma velocidade de 0,5 mm/min e a abertura de fissuras controlada por dois transdutores de deslocamento (LVDTs). O método escolhido gerou várias fissuras no corpo de prova, variando entre 10 e 25  $\mu\text{m}$ . Ohno, Kim e Li (2020) seguiram um procedimento similar, adotando um pré-carregamento de 0,5 e 1%, com velocidade de 0,5 mm/min e utilização de dois LVDTs para acompanhamento das fissuras, obtendo uma abertura de até 30  $\mu\text{m}$ . O procedimento de fissuração adotado por Guo e Yang (2020) seguiu a norma chinesa (GB/T 228-2002) e a aplicação da força uniaxial se deu a uma velocidade de 0,5 mm/min. O controle de abertura de fissuras ocorreu com o auxílio de um microscópio ótico, obtendo a máxima abertura de fissuras de 340  $\mu\text{m}$ .

O método de flexão a 3 pontos para fissuração consiste no corpo de prova apoiado sobre dois roletes equidistantes do centro da amostra, posição em que é aplicada a carga sobre um outro rolete, conforme esquematizado na Figura 25. A fissuração tende a iniciar na parte inferior e no centro do corpo de prova prismático. Alguns autores, como Giannaros, Kanellopoulos e Al-Tabbaa (2016), optaram por fazer um entalhe na base dos corpos de prova para induzir a fissuração. Porém, outros como Alshaeer (2020) e Rajczakowska et al. (2019) não executaram o entalhe e a fissura foi gerada na parte inferior dos corpos de prova próximos ao centro de aplicação da carga.

Figura 25 - Método de Flexão a Três Pontos



Fonte: Giannaros, Kanellopoulos e Al-Tabbaa (2016).

Este método foi adotado por Alshaeer (2020); o autor padronizou a distância entre os roletes de 80 mm, a velocidade de aplicação de carga de 3 mm/min e a abertura de fissuras foi mantida em 50  $\mu\text{m}$ . Polat e Ulysal (2021) também utilizaram a flexão a 3 pontos, a fissuração se deu por meio da aplicação de 70% do carregamento final, mantendo a abertura entre 50 e 400  $\mu\text{m}$  controlada por microscópio ótico em conjunto com ensaio de velocidade de propagação de ondas de ultrassom. Tanyildizi et al. (2022) optou por um mecanismo similar, também adotou a carga de 70% da resistência a flexão das amostras, mas manteve as fissuras entre 100 e 200  $\mu\text{m}$ .

Outro método utilizado foi o de tração por compressão diametral, este promove uma fissura no centro do corpo de prova cilíndrico, com maior deslocamento nas bordas da amostra. Borçato e Medeiros-Junior (2024) adotaram a fissuração por este

método, mantendo a abertura de fissuras de 100 a 200  $\mu\text{m}$ . Além da tração por compressão diametral, outro método aplicado é o de compressão, este utilizado por Ozen et al. (2023) consiste na aplicação de 80% da carga de resistência a compressão das amostras, porém este tipo de método gera múltiplas fissuras.

As fissuras também podem ser geradas a partir de variações de temperatura. Keane et al. (2023) submeteram suas amostras a 900° C no período de 5 horas, de duas formas: com taxa de aquecimento de 2,5° C/min e de resfriamento de 10° C/min. Ross et al. (2022) mantiveram suas amostras a 76,7° C pelo período de 7 dias, em seguida as mergulharam em nitrogênio líquido a -196° C por 30 segundos, as deixaram sob temperatura ambiente por 1 minuto e posteriormente as retornaram para o banho quente por 5 minutos. Tal ciclo foi repetido três vezes e as fissuras geradas apresentaram aberturas entre 70 e 80  $\mu\text{m}$ .

A partir da descrição dos métodos de fissuração é possível observar que dentro dos próprios métodos há variação de execução. Alguns métodos como a tensão uniaxial, compressão e choque térmico, tem o surgimento de múltiplas fissuras, que apresentam grande variabilidade e dificuldade de controle das fissuras formadas, além de dificultar o acompanhamento da autocicatrização.

Sendo assim, nenhum estudo anterior teve o foco de variar e estudar diferentes formas de fissuração dos corpos de prova de geopolímero, pois os estudos focaram nas condições de exposição das amostras e nos tipos de agente autocicatrizante, o que reforça a inovação desta dissertação. Além de variar os métodos de fissuração, este estudo pretende explicar os mecanismos de formação das fissuras.

### 3.8 MECÂNICA DA FRATURA

A mecânica da fratura estuda o comportamento de materiais com trincas e fissuras e como eles podem levar à falha do material. A formação das fissuras depende de alguns fatores, dentre eles ductilidade e tenacidade. A ductilidade é o grau de deformação plástica do material antes da ruptura. Quando essa deformação é pequena o material é considerado frágil, quando apresenta uma deformação considerável é considerado dúctil. A tenacidade é a capacidade do material em

absorver energia até a ruptura, resistindo a propagação de trincas (CASTRO e MEGGIOLARO, 2009).

O segmento da mecânica da fratura elástica linear (MFEL) analisa as fissuras de materiais frágeis sob carga, considerando o comportamento elástico linear (CASTRO e MEGGIOLARO, 2009). O fator intensidade de tensões, proposto por Willians (1957) e Irwin (1957), é baseado na tenacidade da fratura, uma vez que esta determina sua propagação através do modo de carregamento. A espessura das amostras também interfere no estado de tensões da trinca, uma vez que em amostras finas é considerado um estado plano de tensão, já em amostras mais espessas deve-se considerar a deformação ao longo da espessura.

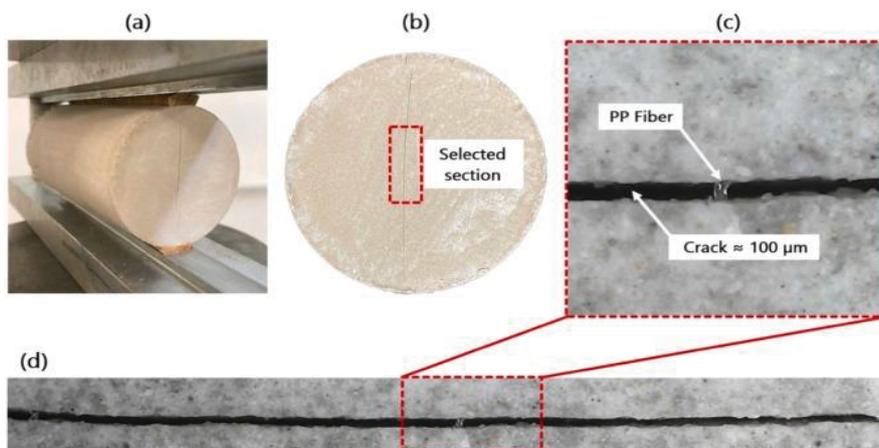
Na ponta de trinca existe uma restrição à deformação plástica, que aumenta com a espessura das amostras. Essa restrição é a inibição do escoamento causada pelo estado triaxial de tensões atuante. Considerando o plano tridimensional, a restrição aumenta à medida que as tensões dos planos x e z se igualam a tensão do eixo y, porém as tensões na vertical tendem a ser maiores, uma vez que o escoamento flui na direção do carregamento. A introdução de um entalhe na amostra aumenta o escoamento do material, já o aumento da espessura causa acréscimo na triaxialidade, ou seja, eleva a restrição (MEDINA, 2014).

No presente trabalho foram adotados três métodos de fissuração, dentre eles tração por compressão diametral, flexão a 3 pontos e Montevideo. O primeiro método foi escolhido como forma de continuidade ao trabalho de Borçato e Medeiros Junior (2024), nele os autores avaliam a autocicatrização em amostras geopoliméricas de metacaulim com 10% de cal hidratada submetidas a compressão diametral. O método de flexão a 3 pontos, conforme demonstrado na Tabela 1, é uma forma recorrente de obter as fissuras para autocicatrização de geopolímeros na literatura. Já o Montevideo é um método pouco explorado para geopolímeros, apesar de ser comum para amostras de cimento Portland. Desse modo, o método foi escolhido como forma de inovação e padronização quando aplicado em pastas geopolimérica. Além disso, todos os métodos escolhidos foram executáveis com os aparatos disponíveis nos laboratórios.

O método de fissuração de tração por compressão diametral consiste no posicionamento na horizontal de amostras cilíndricas entre pratos da prensa de compressão. Borçato e Medeiros-Junior (2024) utilizaram o ensaio para obtenção de fissuras em pastas geopoliméricas de metacaulim. As fissuras obtidas pelos pesquisadores atingiram a abertura de  $100\mu\text{m}$  e foram submetidas a autocicatrização para selamento parcial das fissuras, conforme demonstrado na Figura 26.

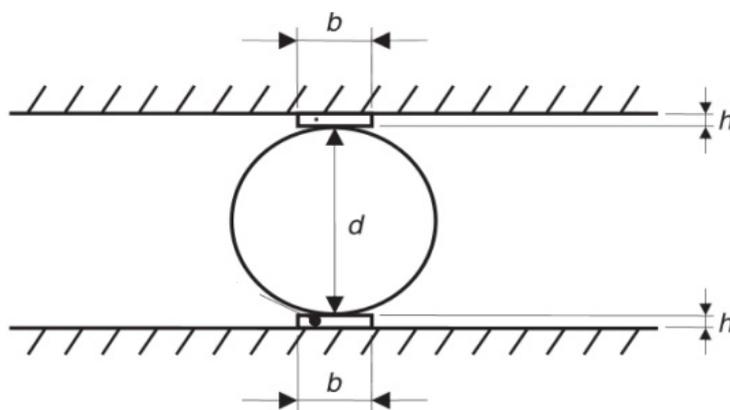
As amostras devem ser posicionadas na horizontal com duas chapas de madeira entre as amostras e os pratos de compressão (Figura 27). A utilização dessas chapas visa impedir que haja pontos com elevadas tensões de compressão, principalmente nos extremos do diâmetro vertical do corpo de prova, impedindo assim que ocorra puncionamento (CONTERATO, 2011). As chapas devem ter a base (b) de 0,15 vezes o diâmetro (d) da amostra  $\pm 1\text{ mm}$  e a altura (h) de  $3,5\text{ mm} \pm 0,5\text{ mm}$ , no presente estudo foram utilizadas pás de sorvete pequenas de madeira.

Figura 26 - Método de Compressão Diametral (a) fissuração por tração por compressão diametral; (b) visualização da fissura gerada; (c) imagem gerada a partir do microscópio digital; (d) imagem panorâmica da fissura



Fonte: Borçato e Medeiros-Junior (2024).

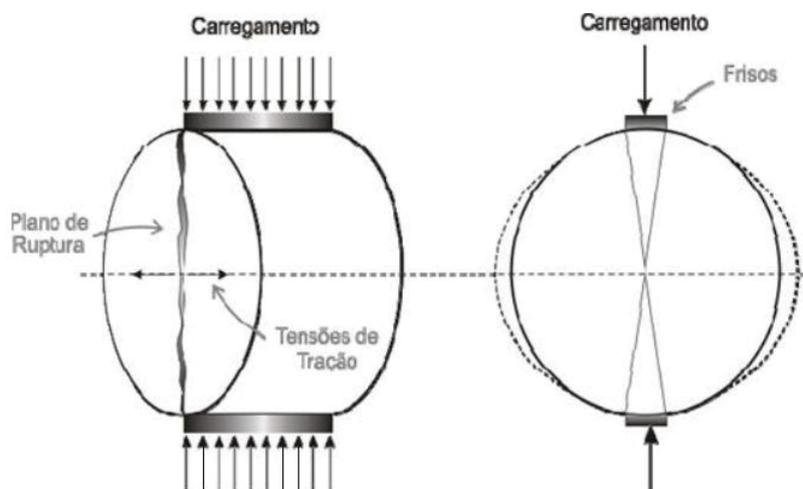
Figura 27 – Esquema de Posicionamento da Amostra na Prensa



Fonte: NBR 7222 (2015)

A distribuição das tensões nas amostras submetidas e esse ensaio estão caracterizadas na Figura 28. De acordo com as tensões presentes nas amostras, o deslocamento máximo ocorre na extremidade da amostra e o mínimo no centro, gerando uma região de tensões em formato de “x”.

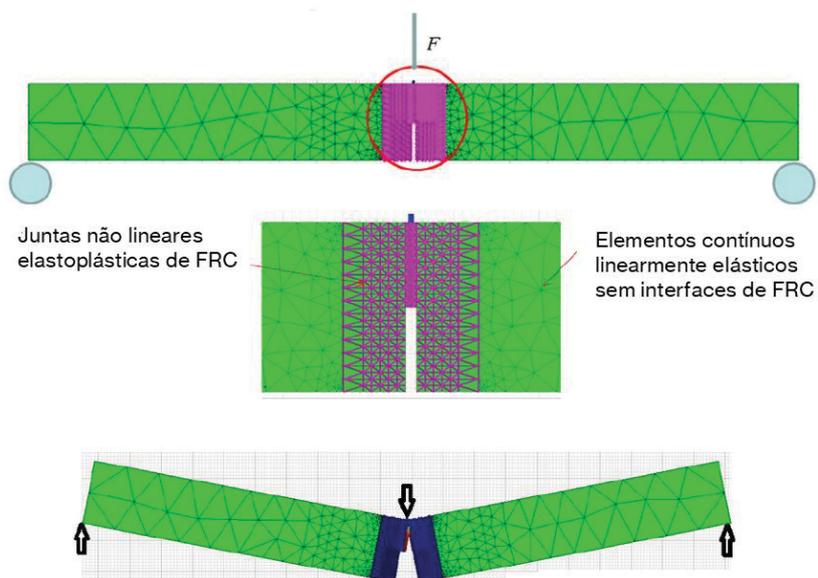
Figura 28 – Tensão e Deformação das Amostras de Compressão Diametral



Fonte: Brito (2006)

O método de fissuração de flexão por tração a 3 pontos consiste em amostras apoiadas em dois apoios e um ponto de aplicação de carga na parte superior (NBR 13279, 2005). De acordo com Etse, Caggiano e Vrech (2010), o ensaio de flexão a 3 pontos, em amostras reforçadas com fibras, tem um comportamento não linear elastoplástico na região em que a carga é aplicada; já nas demais regiões o comportamento é contínuo linearmente elástico (Figura 29).

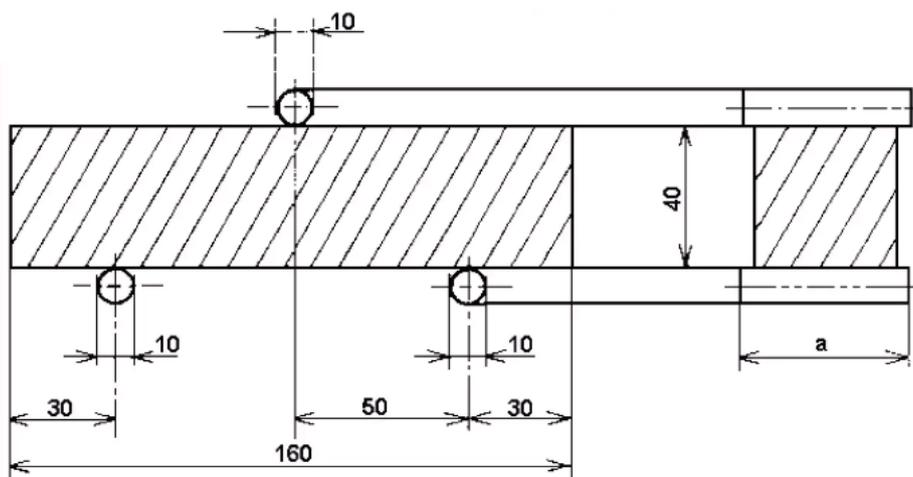
Figura 29 – Tensão e Deformação das Amostras de Flexão a 3 Pontos



Fonte Adaptado de Etse, Caggiano e Vrech (2010)

As amostras prismáticas são posicionadas na prensa com três roletes de aço, de comprimento ( $a$ ) de 45 a 50 mm e diâmetro de 10 +/- 5 mm. Sendo dois na parte de baixo do corpo de prova, distantes 100 +/- 5 mm entre si e um rolete na parte superior, que faz o carregamento, ao centro da amostra (Figura 30). Um rolete de cima e um de baixo precisam ser capazes de se inclinar ligeiramente, de modo que permitam o contato e distribuição de carga uniformes, a fim de evitar tensões de torção no corpo de prova (NBR 13279, 2005).

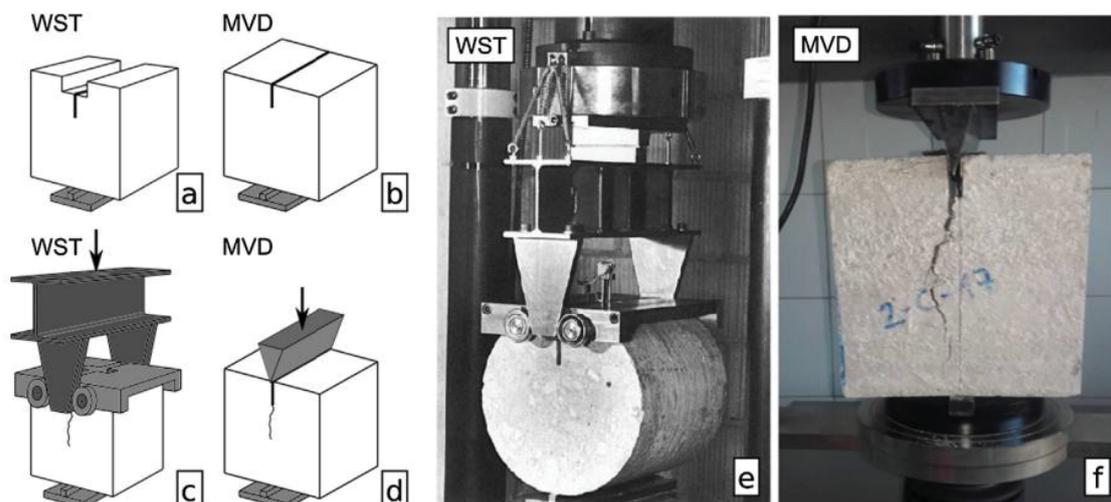
Figura 30 - Esquema do Dispositivo de Cargas



Fonte: NBR 13279 (2005)

O método do ensaio Montevideo (MVD) consiste em uma adaptação da normativa EN 14651 (2005) combinada com o controle de obras de concretos reforçados com fibras, além de se tratar de uma simplificação do teste de divisão em cunha (Wedge Splitting Test - WST). Em comparação com o WST (Figura 31), a carga de 3 peças é substituída por uma cunha sólida posicionada a  $15^\circ$  em relação a vertical. A amostra é preparada com um entalhe de 25 mm de profundidade e 5 mm de largura, de forma a induzir que a fissura seja gerada a partir desse entalhe, replicando a superfície de fratura do ensaio EN 14651 (SEGURA-CASTILLO, FIGUEIREDO e MONTE, 2017).

Figura 31 – Comparativo método WST e MVD (a,b) amostra de concreto (c, d) dispositivo de carregamento (e, f) ensaio em andamento



Fonte: Segura-Castillo, Figueiredo e Monte (2018).

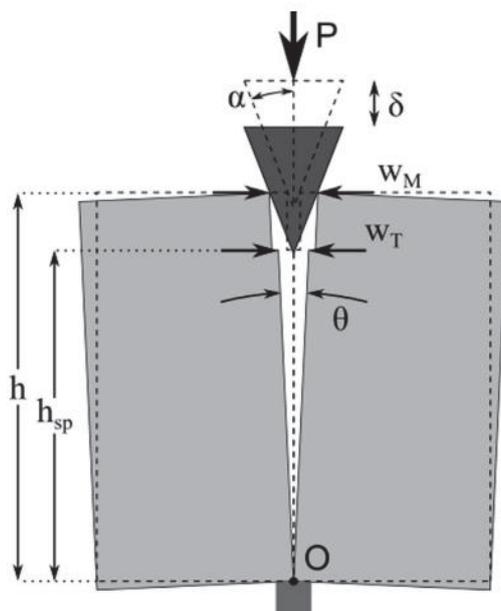
Após a preparação da amostra, a fissuração ocorre na velocidade de 5 mm/min e se inicia pelo entalhe, com propagação contínua em direção a base. O modelo de fissuração está esquematizado na Figura 32, o ensaio se baseia na hipótese que apenas uma fissura é formada, dividindo a amostra em duas partes que rotacionam como corpos rígidos na base (ponto O) e a deformação elástica é desprezada. O deslocamento na ponta de abertura de fissura ( $w_T$ ) é obtido pela Equação 2, já o deslocamento de abertura na boca da fissura ( $w_M$ ) está descrito na Equação 3, em que  $\delta$  corresponde ao deslocamento da cunha (penetração);  $\alpha$  é o ângulo entre a lateral da cunha e o plano vertical;  $h_{sp}$  corresponde a profundidade da ponta do

entalhe a base da amostra; e  $h$  se trata da profundidade da amostra (SEGURA-CASTILLO, FIGUEIREDO e MONTE, 2018).

$$w_T = 2 \delta \frac{h_{sp}}{h} \tan \alpha \quad (\text{Eq. 2})$$

$$w_M = 2 \delta \tan \alpha \quad (\text{Eq. 3})$$

Figura 32 – Esquema de Fissuração MVD



Fonte: Segura-Castillo, Figueiredo e Monte (2018).

O deslocamento na ponta de abertura de fissura ( $w_T$ ) é medido por meio de um transdutor, já o deslocamento de abertura na boca da fissura ( $w_M$ ) é obtido por meio da Equação 3. Desse modo, o ensaio é interrompido quando o  $w_T$  atinge a abertura de fissura pré-estabelecida (SEGURA-CASTILLO, FIGUEIREDO e MONTE, 2018).

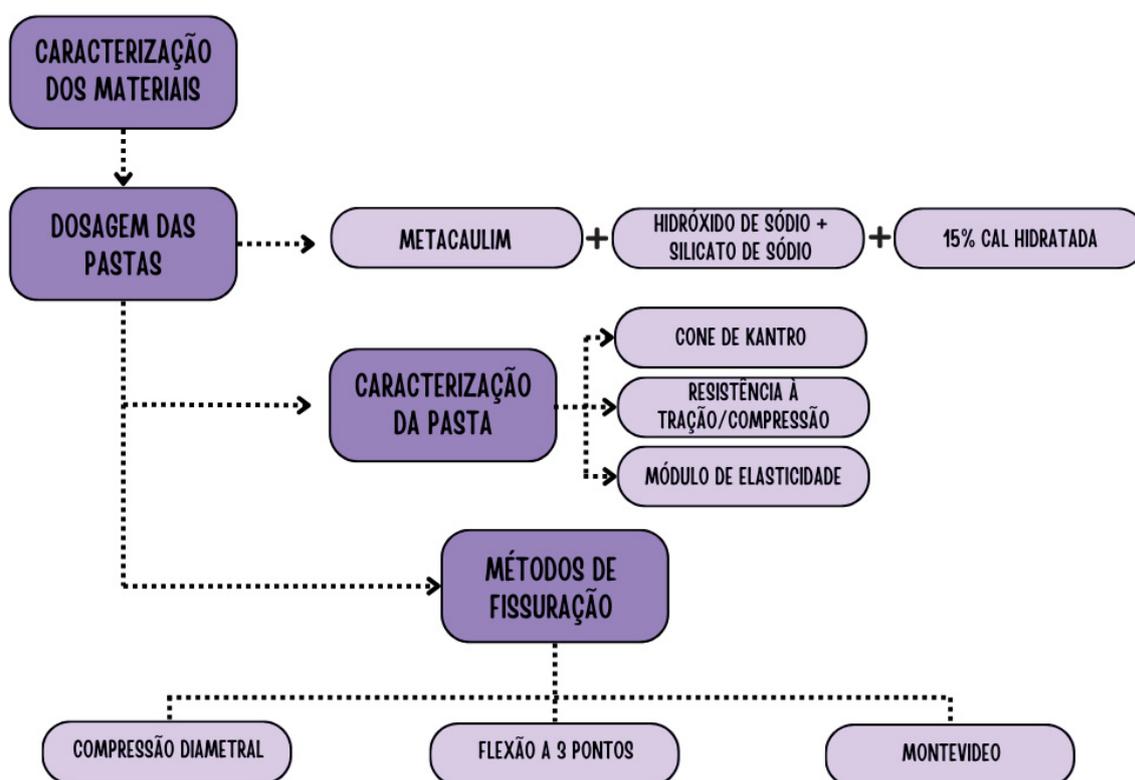
Diante do exposto, o presente trabalho apresenta inovação em relação a comparação entre os métodos de fissuração para autocicatrização, tendo como foco a geometria da fissura gerada em cada método. Os autores que tratam de autocicatrização em geopolímeros tendem a focar no selamento das fissuras e na análise os produtos formados, sem variar as formas de fissuração. Os três métodos foram escolhidos com base nas diferentes distribuições de] tensões para geração de fissuras e também pela sua aplicabilidade considerando os recursos laboratoriais disponíveis.

Os métodos abordados na pesquisa têm a distribuição de tensões distintas para formação das fissuras. Amostras submetidas compressão diametral tem as tensões em formato de “x”, enquanto em corpos de prova de tração a 3 pontos ficam concentradas na parte inferior (BRITO, 2006; ETSE, CAGGIANO e VRECH, 2010). Já as amostras submetidas ao Montevideo as fissuras são geradas por giro, a partir do ângulo na base do cubo (SEGURA-CASTILLO, FIGUEIREDO e MONTE, 2018). Pelo fato de cada método gerar a fissura de uma forma diferente, o intuito é compará-las e discutir como cada geometria é capaz de interferir na autocicatrização das pastas geopoliméricas.

#### 4. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Neste capítulo constam os materiais e métodos utilizados para atingir os objetivos propostos. A Figura 33 apresenta o programa experimental seguido durante a pesquisa.

Figura 33 - Fluxograma do Programa Experimental



Fonte: A autora (2024)

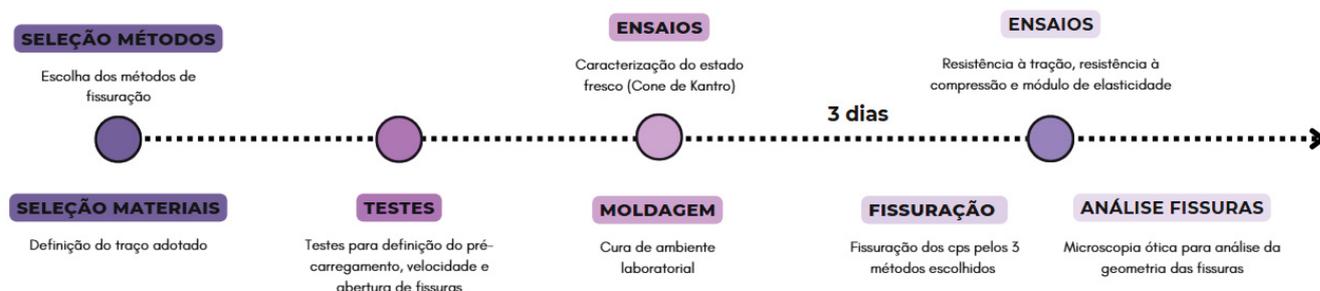
A porcentagem de 15% da cal hidratada foi determinada a partir do resultado obtido por Borçato e Medeiros-Junior (2024). Os pesquisadores avaliaram a autocicatrização em geopolímeros com 0%, 5% e 10% de adição de cal, em relação a massa de metacaulim, e observaram que o selamento parcial de fissuras ocorreu nas amostras com o maior teor de cal. Assim, o presente trabalho buscou adotar um valor superior, uma vez que os estudos visam o selamento total das fissuras. Em pré-testes realizados nesta dissertação, a utilização de 20% de cal se mostrou prejudicial em termos de trabalhabilidade. Assim, optou-se pelo teor de 15%, de modo que

promova a autocicatrização ainda permitindo que a mistura seja trabalhável. O teor de fibras de 0,4% em volume foi o mesmo adotado por Oliveira et al. (2022) e Borçato e Medeiros-Junior (2024). Para padronização da avaliação dos métodos de fissuração foi adotada a faixa de fissuras de 50 a 100  $\mu\text{m}$ , permitindo uma comparação direta entre os diferentes métodos analisados.

As variáveis de controle consistem nos métodos de obtenção das fissuras, sendo eles tração a 3 pontos, tração por compressão diametral e adaptação do método Montevideo. Enquanto as variáveis fixas são o metacaulim como fonte de aluminossilicatos, a utilização de silicato e hidróxido de sódio como ativadores, a presença de fibras de polipropileno para promoção da fissuração e a adição de 15% de cal hidratada como fonte de cálcio.

Na Figura 34 está esquematizada a linha do tempo da pesquisa. O início da dissertação se deu com a seleção de materiais e dosagem do traço das pastas geopolimérica. Em paralelo foram definidos os métodos de fissuração que seriam abordados no presente trabalho. A partir dos métodos escolhidos, foram testados os formatos dos corpos de prova e a forma de obter a fissuração na abertura pré-determinada, variando carga de pré-carregamento, velocidade durante o pré-carregamento e o carregamento principal, além da abertura de fissuras considerando o comportamento elástico do material. Todas essas variáveis contribuindo para que a fissura das amostras estivesse na faixa de 50 a 100  $\mu\text{m}$ . Além disso, na mesma idade da fissuração (3 dias) foram realizados os ensaios de resistência mecânica e módulo de elasticidade em outros corpos de prova para caracterização das pastas.

Figura 34 – Linha do Tempo da Pesquisa



Fonte: A autora (2024)

## 4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados no desenvolvimento do presente trabalho e suas caracterizações físicas e químicas estão apresentados a seguir.

### 4.1.1 METACAULIM

O metacaulim foi utilizado como precursor das pastas de geopolímero. A densidade do material é de  $2,56 \text{ g/cm}^3$ , segundo o fabricante. Sua composição química, obtida através do ensaio de fluorescência de raios x (FRX) realizado em pastilha prensada, conforme a NBR 14656 (2001), em equipamento EDX-700 Shimadzu, está descrita na Tabela 2.

Tabela 2 - FRX Metacaulim

Elemento	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO
Teor (%)	51,47	42,23	2,22	1,86	1,81	0,41

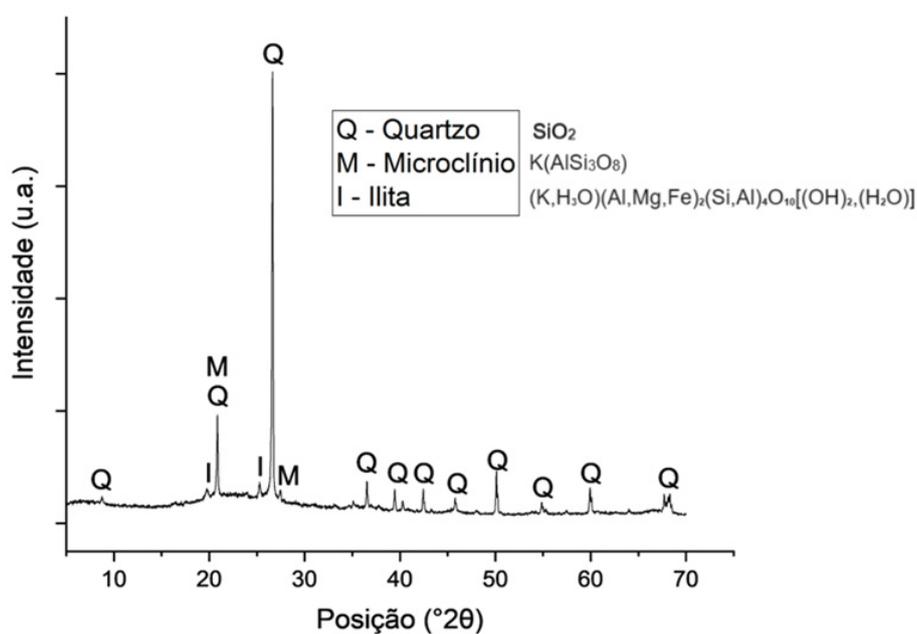
Fonte: A autora (2024)

A relação SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> do metacaulim é de 2,07. Conforme Jindal et al. (2022), valores que se encontram na faixa de 1,92 a 5,59 são aceitáveis para a produção de geopolímeros, uma vez que os precursores dentro dessa faixa demonstram melhor desempenho mecânico. Quanto maior a relação, menor a resistência do geopolímero e maior a não homogeneização da mistura, devido à maior quantidade de inclusões de sílica não reagidas.

A composição mineralógica do metacaulim foi obtida através do ensaio de difração de raios x (DRX), com o equipamento Rigaku Ultima IV, após secagem a 80°C por 24h. A Figura 35 demonstra o DRX do material em questão. O resultado do ensaio indica que o metacaulim apresenta fases cristalinas e impurezas, como o quartzo, microclínio e ilita, sendo indicador de que a calcinação não tenha sido totalmente eficiente. A ausência da caulinita, precursor do metacaulim, caracteriza a desidroxilação da fase mineral do precursor durante a calcinação para formação do metacaulim (JINDAL et al., 2022).

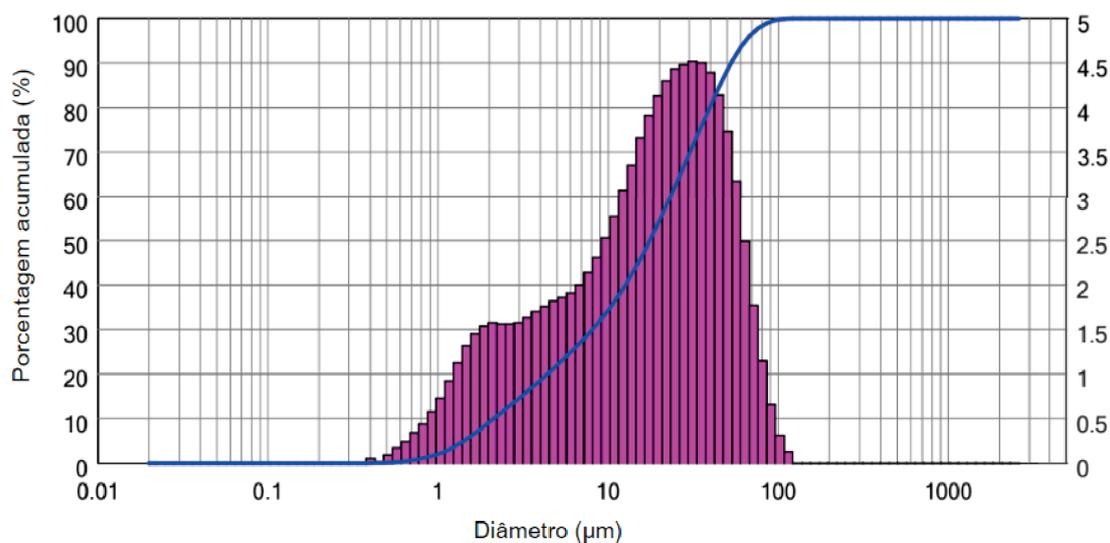
A curva granulométrica do metacaulim (Figura 36) foi gerada por meio da granulometria a laser, executada com o equipamento *Bettersizer 2600* com amostras em pó após secagem a 80 °C por 24 h. Sob a faixa de análise de 0,02 a 2600 µm. O diâmetro médio (D50) apresentado foi de 17,58 µm. O metacaulim analisado se apresentou similar ao utilizado por Borçato (2023) e Beltrame (2023), com diâmetro médio de 23,13 µm e 11,09 µm, respectivamente. De acordo com o fabricante, a área específica do material apresenta um valor de 230.000 cm<sup>2</sup>/g, estando acima do valor mínimo exigido pela NBR 15894 de 150.000 cm<sup>2</sup>/g.

Figura 35 - DRX Metacaulim



Fonte: A autora (2024)

Figura 36 - Granulometria a Laser Metacaulim



Fonte: A autora (2024)

#### 4.1.2 ATIVADORES ALCALINOS

Na confecção dos corpos de prova foi utilizada a solução ativadora alcalina composta por hidróxido de sódio e silicato de sódio. As características físicas dos materiais estão demonstradas na Tabela 3. O silicato de sódio é quimicamente composto por 33% de  $\text{SiO}_2$ , 14,90% de  $\text{Na}_2\text{O}$  e 52,10% de  $\text{H}_2\text{O}$ .

Tabela 3 - Características Químicas Ativadores

Propriedades	Silicato de sódio alcalino ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ )	Hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ )
Aspecto	Líquido viscoso	Sólido em pérolas
pH	10,5 – 12,0	13
Densidade	1,57 – 1,60 (g/mL)	2,13 (relativa, a 20 °C)
Solubilidade	Miscível em água	1090 (g/L a 20 °C)
Viscosidade (cPs, a 25°C)	900 – 1350	-

Fonte: Fabricante (2024)

A preparação da solução ativadora iniciou-se com a dissolução do hidróxido de sódio na água adicional, correspondente a água total do traço menos a água presente no silicato de sódio. O hidróxido de sódio ao ser diluído configura uma reação exotérmica. Diante disso, foi esperado até que a solução atingisse a

temperatura ambiente para a homogeneização com o silicato de sódio. A solução ativadora ficou em repouso por 24 horas e posteriormente foi misturada ao precursor.

#### 4.1.3 FIBRA DE POLIPROPILENO

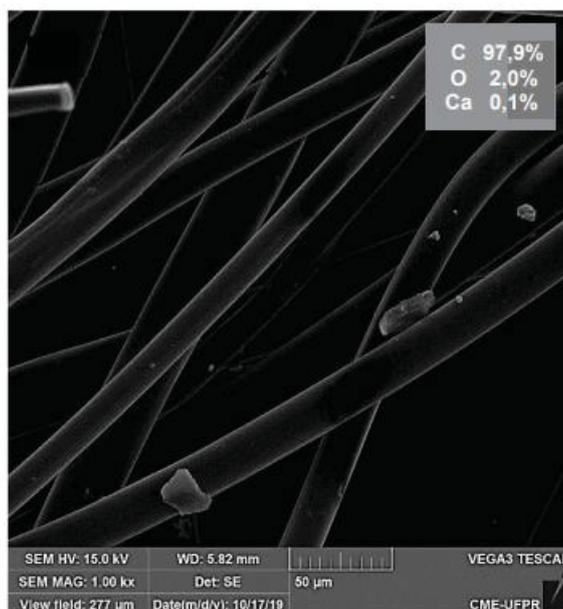
As fibras foram utilizadas pela dificuldade e execução dos ensaios sem a presença das fibras, a propriedade de promover o intertravamento mecânico. Nos testes realizados sem as fibras, as amostras, devido a ruptura frágil, eram totalmente rompidas, dificultando a abertura de fissuras. O material da fibra escolhido foi polipropileno, uma vez que amostras com esse tipo de fibra empregado apresentam maior controle de fissuração por retração, comportamento recorrente em amostras geopoliméricas. A fibra utilizada nas pastas geopoliméricas possui a caracterização física e mecânica ilustrada na Tabela 4. O material foi o mesmo utilizado por Drobovolski et al. (2021), proveniente do fabricante FibroMac. Os autores realizaram ensaios de MEV e EDS das fibras e constaram que é composto em 97,9% de carbono (Figura 37), por se tratar de um material polimérico.

Tabela 4 - Características Físicas e Mecânicas Fibras PP

<b>Diâmetro médio</b>	<b>Comprimento</b>	<b>Fator de forma</b>	<b>Tensão de ruptura</b>	<b>Alongamento</b>	<b>Módulo de elasticidade</b>	<b>Densidade</b>
11 µm	6 mm	545,45	760 MPa	30%	3 GPa	910 kg/m <sup>3</sup>

Fonte: Fabricante (2024)

Figura 37 – MEV e EDS da Fibra de Polipropileno com 1000x de ampliação



Fonte: Adaptado de Drobovolski et al. (2021)

#### 4.1.4 CAL HIDRATADA

A cal hidratada utilizada no presente trabalho apresenta uma densidade de 2,2 g/cm<sup>3</sup> e densidade em pó aparente de 0,69 g/cm<sup>3</sup>, de acordo com o fabricante. Para determinar a composição química e composição mineralógica da cal hidratada, classificada como CH III, segundo NBR 7175 (2003), foi realizado o ensaio de FRX (Tabela 5).

Segundo a NBR 7175 (2003), o teor mínimo dos óxidos totais na base de não-voláteis (CaO<sub>t</sub> + MgO<sub>t</sub>) é de 88%. A cal hidratada utilizada no presente trabalho, apresentou a porcentagem de 98,10%, sendo superior ao mínimo estabelecido. A presença de magnésio na mistura, segundo Borçato et al. (2024), possibilita a formação dos géis C-(A)-S-H e N-M-A-S-H ((alumino)silicato de magnésio - sódio hidratado) coexistindo com o gel N-A-S-H, melhorando significativamente a microestrutura e suas propriedades mecânicas.

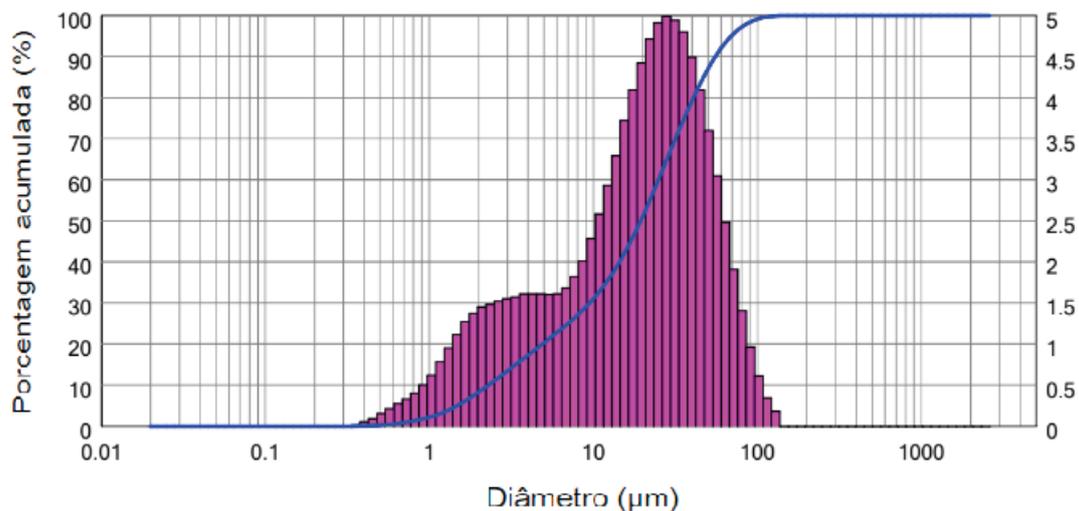
Tabela 5 - FRX Cal Hidratada

Elemento	CaO	MgO	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O
Teor (%)	65,24	32,86	1,15	0,49	0,26	0,49

Fonte: A autora (2024)

Também foi realizada a granulometria a laser da cal hidratada (Figura 38). O ensaio indicou o diâmetro médio das partículas (D50) de 19,45  $\mu\text{m}$ . Tal diâmetro, comparado ao metacaulim, se mostra ligeiramente superior.

Figura 38 – Granulometria a Laser Cal Hidratada



Fonte: A autora (2024)

#### 4.1.5 ÁGUA

A água utilizada na pesquisa é proveniente da rede pública de abastecimento da Companhia de Saneamento do Paraná (SANEPAR). Além da sua utilização no preparo da solução alcalina do geopolímero.

### 4.2 MÉTODOS

#### 4.2.1 DOSAGEM DOS GEOPOLÍMEROS

Assim como realizado por Borçato e Medeiros-Junior (2024), o presente trabalho se desenvolveu inteiramente em pastas geopoliméricas. A utilização de pastas é importante para a fissuração das amostras, uma vez que permite a compreensão do seu mecanismo. Além disso, a utilização de areia traz maior variabilidade de resultados devido a presença de grãos maiores na matriz.

A dosagem das pastas foi realizada a partir do traço desenvolvido por Beltrame (2023) e por Borçato e Medeiros-Junior (2024), que consideraram a matriz geopolimérica com base de metacaulim. A relação, conforme estudos de Riahi et al. (2020), de  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  deve estar entre 3 e 5, a razão  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  entre 0,9 e 1,0 e a razão  $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$  de 10 a 12,5. No presente estudo, foram adotadas as relações de 0,90 para  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 12,0 para  $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ ; 0,49 para relação água/sólidos (a/s) e 3,00 para relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Na Tabela 6 está disposta a composição do traço de pasta geopolimérica empregada no presente trabalho.

Tabela 6 - Traço do Geopolímero

<b>Materiais</b>	<b>A1</b>	
Aglomerante	1,00	-
Metacaulim	1000,00 g	750,00 kg/m <sup>3</sup>
Cal hidratada	150,00 g	112,50 kg/m <sup>3</sup>
Silicato de sódio	700,00 g	525,00 kg/m <sup>3</sup>
Hidróxido de sódio	170,00 g	127,50 kg/m <sup>3</sup>
Água extra	445,00 g	333,75 kg/m <sup>3</sup>
Fibra de Polipropileno	0,4 %	-
água/sólidos	0,49	-

Fonte: A autora (2024)

#### 4.2.2 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

A mistura dos corpos de prova foi iniciada na preparação da solução alcalina, conforme descrito no item 4.1.2. Posteriormente, na argamassadeira foi homogeneizado, por 2 minutos em velocidade baixa, a fonte de aluminossilicato, no caso deste estudo o metacaulim, com a solução alcalina e a cal hidratada. Em seguida, foram adicionadas as fibras de polipropileno e para melhor distribuição do material na matriz a mistura foi homogeneizada pelo período de 1 minuto em velocidade baixa (AL-AMEEN et al., 2023).

O estado fresco da pasta geopolimérica foi avaliada através do ensaio de Cone de Kantro, que consiste na medida do “espalhamento” da pasta sobre uma placa graduada. Para avaliação das propriedades de resistência mecânica e módulo

de elasticidade, foram ensaiados corpos de prova prismáticos, com dimensões de 40x40x160mm na idade de 3 dias.

O ensaio de resistência à tração por flexão foi executado 3 dias após as moldagens com quatro amostras. O experimento seguiu a NBR 13279/2005 e foi realizado na prensa INSTRON com a célula de carga de 20 kN, com a velocidade de 50 N/s. Já o ensaio de resistência à compressão foi executado logo após o de tração, sendo utilizadas as “metades” das amostras rompidas, totalizando oito amostras. Também seguiu a NBR 13279/2005 e foi executado na prensa INSTRON com a célula de carga de 300 kN, com a velocidade de 500 N/s.

O ensaio de módulo de elasticidade foi executado, conforme proposto por Marques et al. (2020), na prensa INSTRON com célula de 300kN. O ensaio consiste em quatro ciclos de carregamento e descarregamento. A partir dos dados de deslocamento e tempo é possível identificar os picos de compressão da amostra. Para o cálculo do módulo de elasticidade (E) é realizada uma regressão linear nos dados de deslocamento e de força de três carregamentos por amostra. O valor médio de inclinação das três linhas de tendência da regressão linear é correspondente ao módulo de elasticidade da amostra. A Tabela 7 apresenta, de forma resumida, a quantidade de corpos de prova por ensaio escolhido.

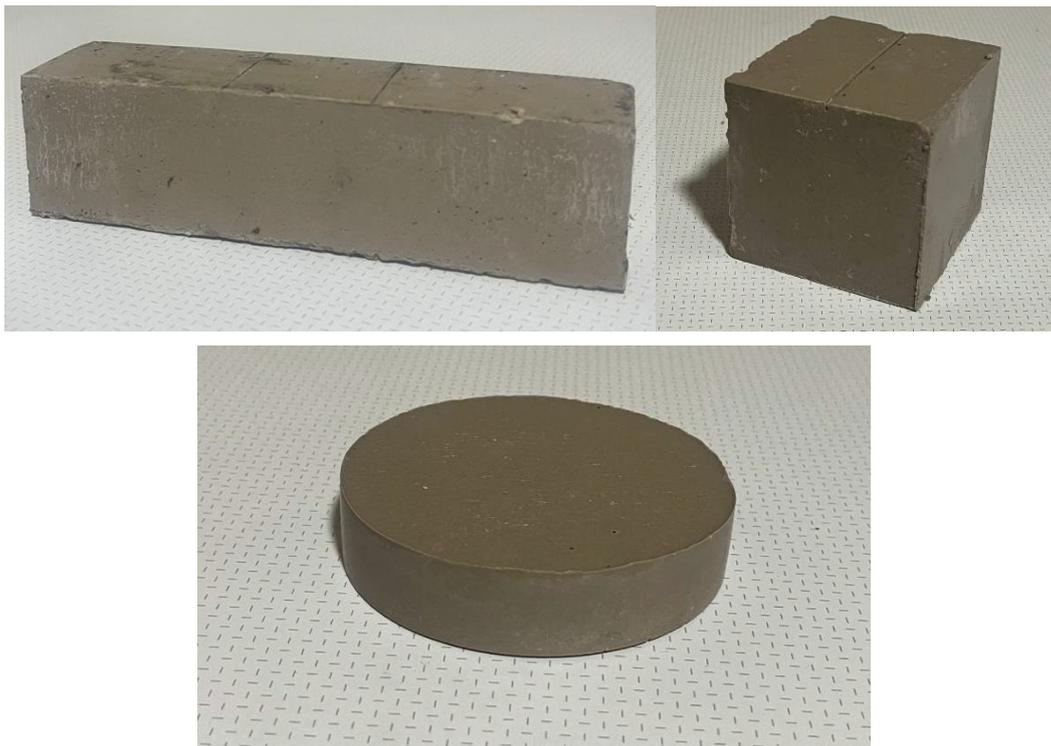
Tabela 7 - Quantidade de Corpos de Prova

Ensaio	Geometria dos CPs	Idade de ensaio	Quantidades
Trabalhabilidade (Cone de Kantro)	-	Estado Fresco	3 repetições
Densidade	Prismático 40x40x160 mm	Estado Fresco/ 0 dias	4
Resistência à compressão	Prismático 40x40x160 mm	3 dias	8
Resistência à tração	Prismático 40x40x160 mm	3 dias	4
Módulo de elasticidade	Prismático 40x40x160 mm	3 dias	5
Método 1 (Compressão Diametral)	Cilíndrico Ø 100x25 mm	3 dias	8
Método 2 (3 pontos)	Prismático 40x40x160 mm	3 dias	8
Método 3 (Montevideo)	Prismático 75x75x75 mm	3 dias	8

Fonte: A autora (2024)

Em relação aos métodos de fissuração de flexão a 3 pontos e Montevideo, foram adotados corpos de prova nos formatos prismáticos de 40x40x160mm e 75x75x75mm, respectivamente. No método de flexão por compressão diametral foram ensaiadas amostras cilíndricas com 100 mm de diâmetro e 25 mm de altura (Figura 39). A opção pela dimensão das amostras se deu através das formas disponíveis para utilização, outra opção seria a moldagem de corpos de prova cilíndricos 100x200mm, porém exigiria o corte das amostras em retífica, podendo comprometer a integridade das amostras para o ensaio. Já, para o Montevideo, como recomenda o método, foram escolhidas amostras cúbicas, nas dimensões de 75x75x75mm, pela disponibilidade para moldagem.

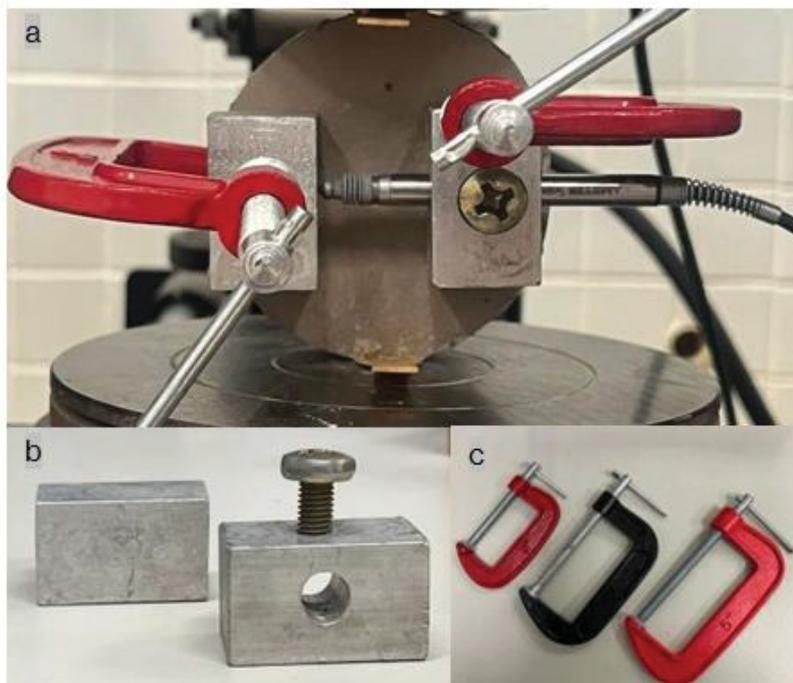
Figura 39 – Geometria Corpos de Prova (a) 40x40x160 mm (b) 75x75x75 mm (c) Ø 100x25 mm



Fonte: A autora (2024)

O controle de abertura de fissuras foi realizado através de um transdutor de deslocamento fixado a dois suportes metálicos, estes fixados as amostras por grampos metálicos (Figura 40). Os suportes metálicos foram confeccionados nas medidas de 25x25x40 mm, sendo um maciço e o outro com um furo com diâmetro de 0,9 mm, este para fixar o LVDT por meio de um parafuso. Diante das dimensões dos suportes metálicos, um corpo de prova com diâmetro 100 mm se mostrou mais eficiente. E como foram analisadas fissuras na base da amostra, sua altura não é significativa para análise, dessa forma foi escolhido manter as amostras em formato de “disco”, de Ø 100x25 mm.

Figura 40 – Mecanismo de fixação do LVDT ao corpo de prova (a) LVDT fixado (b) suportes metálicos (c) grampos metálicos



Fonte: A autora (2024)

Após a mistura em argamassadeira, as pastas foram depositadas em moldes metálicos (40x40x160mm), de madeira (75x75x75mm) e de silicone (Ø100x25mm) tampados com plástico filme de PVC, de modo a evitar a perda precoce de água. Os corpos de prova foram desmoldados após 24 horas, posteriormente envolvidos com plástico filme de PVC e mantidos em ambiente laboratorial com temperatura de  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  e umidade relativa (UR) de  $(60 \pm 5)\%$  até a realização dos ensaios, conforme realizado por Borçato e Medeiros-Junior (2024).

#### 4.2.3 MÉTODOS DE FISSURAÇÃO

No presente trabalho foram adotados três métodos de fissuração, conforme ilustrado na Tabela 8. Os métodos selecionados foram baseados em autocicatrização de materiais cimentícios (DE BELIE et al., 2018; HERMAWAN et al., 2023; OLIVEIRA et al., 2022; LAHMANN e KESSLER, 2025), mas nesse estudo o foco foi a geometria e abertura das fissuras. A escolha dos diferentes métodos de fissuração tem o intuito

de compará-los e definir um padrão para monitorar o processo de autocicatrização dos geopolímeros em estudos posteriores.

Tabela 8 - Métodos de Fissuração

Identificação	Método de Fissuração
Método 1	Compressão Diametral
Método 2	Flexão a 3 pontos
Método 3	Montevideo

Fonte: A autora (2024)

A indução de fissuras ocorreu em prensa INSTRON, com célula de carga de 300kN, aos 3 dias. Conforme Borçato e Medeiros-Junior (2024), amostras em idade inicial estão submetidas a solicitação térmica e/ou mecânica. Além disso, as reações de geopolimerização ainda estão ocorrendo na matriz e o carregamento simula uma condição real, já que muitas vezes as estruturas já estão sujeitas a cargas após os primeiros dias de construção. O detalhamento da execução desses três métodos, bem como as adaptações que foram necessárias, faz parte dos resultados dessa dissertação e será discutido no próximo capítulo. Para o desenvolvimento dos ensaios utilizados para obtenção de fissuras foram escolhidas como variáveis o valor de pré-carregamento, velocidade de carregamento e abertura de fissuras para interrupção do ensaio.

O primeiro método consiste no ensaio de resistência à tração por compressão diametral (NBR 7222, 2015), conforme proposto por Roig-Flores et al. (2015) e aprimorado por Oliveira (2019). A interrupção do ensaio, diferente do proposto por Roig-Flores et al. (2015) e Oliveira (2019), não se dá por carga ou por deformação, mas sim por abertura de fissura devido ao comportamento do geopolímero.

Já o método 2 consiste no controle de aplicação de carga para deformação e assim obter fissuras, conforme realizado por Giannaros, Kanellopoulos e Al-Tabbaa (2016), Rajczakowska et al. (2019) e Alshaaer (2020). Assim como o método de compressão diametral, a interrupção do ensaio não se deu por carga ou colapso das amostras, mas sim por meio do controle de abertura de fissuras.

O terceiro método, ainda pouco explorado em geopolímeros, foi escolhido a partir dos estudos de Segura-Castillo, Figueiredo e Monte (2018), uma vez que permite a indução das fissuras em locais pré-determinados, por meio de um entalhe no corpo de prova, facilitando o controle durante a execução do ensaio. Além dos motivos previamente citados, também foram determinantes as condições de replicação de cada método no laboratório.

Para fins comparativos dos diferentes métodos de fissuração, foi adotada a abertura de fissura de 50 a 100 $\mu$ m para permitir a comparação de profundidade, extensão e largura da fissura de cada método avaliado. Após a fissuração pelos métodos já listados, a análise física das fissuras foi controlada e comparada com utilização de fissurômetro e microscópio ótico. O fissurômetro foi utilizado imediatamente após as fissurações com o intuito de verificar se as aberturas se encontravam dentro da faixa pré-determinada de 50 a 100 $\mu$ m. A abertura efetiva das fissuras foi confirmada com o auxílio de um microscópio ótico, o equipamento utilizado foi o *Stereo Zoom Microscope* da Biotika, que permite a ampliação de 0,8 até 5x para visualização das fissuras. As imagens geradas no microscópio, com o auxílio da câmera *Quick Start USB2.0 Series*, foram capturadas a partir do *software Mosaic* e a abertura foi medida a partir da ferramenta de distância do programa. Para representatividade da abertura real, as fissuras foram analisadas em toda a sua extensão e a cada imagem foram feitas 3 medidas de abertura.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo estão apresentados os resultados e discussões da dissertação, referentes ao ensaio de estado fresco, à caracterização mecânica, aos métodos de fissuração e mapeamento das fissuras, além suas considerações finais geradas na interpretação e discussão.

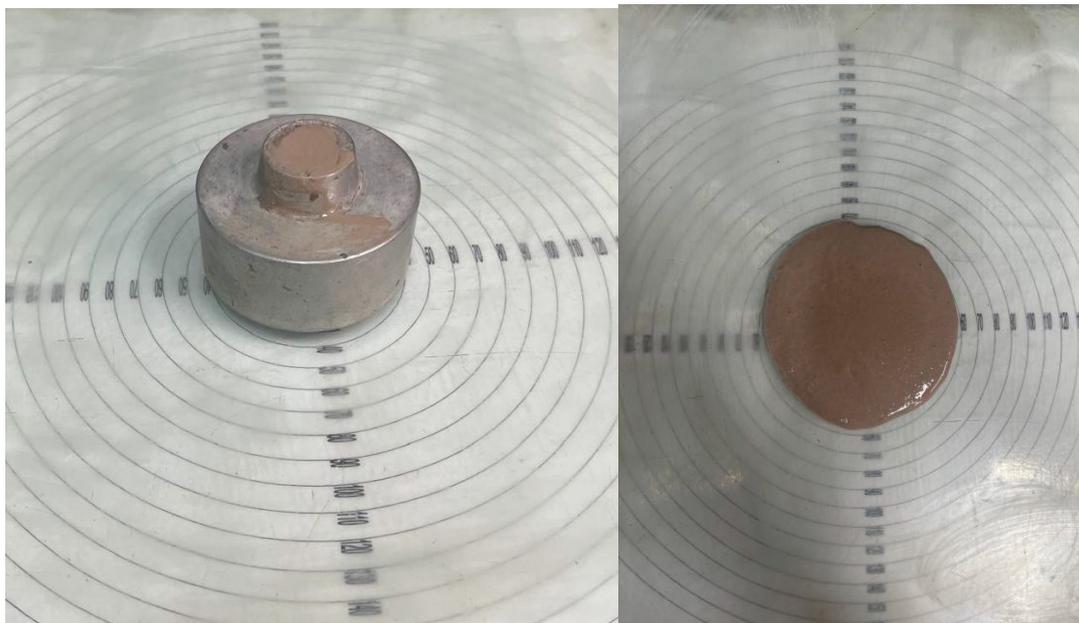
Os resultados apresentados no presente trabalho foram submetidos a análise estatística denominada teste Q. O teste, também conhecido como teste de Dixon, seguindo a norma ASTM E178/2016, consiste em um método de eliminação de outliers por meio de um teste bilateral, no qual são calculados os valores máximos e mínimos para a amostra e tais valores são comparados ao  $Q_{CRÍTICO}$ , valor tabelado para uma confiança de 95%. Os valores de Q calculados sendo superiores ao  $Q_{CRÍTICO}$  são eliminados do conjunto de dados. Como análise estatística ainda houve o cálculo da média e do desvio-padrão de cada conjunto de dados.

### 5.1. CONE DE KANTRO

Para a caracterização da pasta utilizada no presente trabalho foi realizado o ensaio de mini *slump*, denominado Cone de Kantro. O material apresentou um aspecto viscoso, devido a presença de silicato de sódio na sua composição. Além disso, há cal hidratada na sua composição, fator que diminui o tempo de pega do material, conforme observado em pré-testes em pastas com maiores teores de cal.

O resultado do espalhamento das pastas geopolimérica, após análise estatística, foi de 60mm (Figura 41). O valor corrobora com o descrito por Dorr et al. (2020), em seu trabalho, as amostras variaram de 63 a 105mm de espalhamento, sendo a de menor valor composta por uma relação a/s de 0,70 e 15% de  $Na_2O$ . Enquanto a amostra do presente trabalho apresenta uma relação a/s de 0,49 e 10,50% de  $Na_2O$ .

Figura 41 – Ensaio de Cone de Kantro



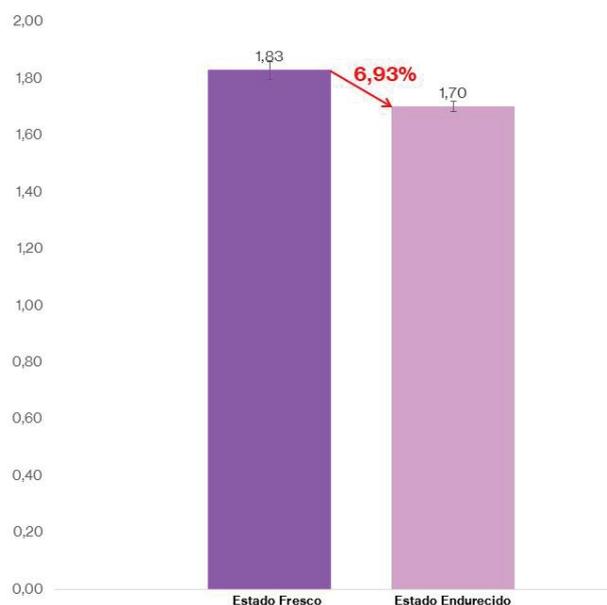
Fonte: A autora (2025).

## 5.2. DENSIDADE

A densidade aparente no estado fresco foi obtida a partir da massa de um recipiente cilíndrico de volume conhecido ( $393,6\text{cm}^3$ ) preenchido com a pasta geopolimérica. Com três valores de amostra a densidade no estado fresco foi de  $1,83\text{g/cm}^3$ . Já no estado endurecido, a partir da massa de amostra de volume conhecido ( $40\times 40\times 160\text{mm}$ ) é possível determinar sua densidade, no presente trabalho foram medidos 3 corpos e prova, que indicaram a densidade de  $1,70\text{g/cm}^3$ .

A Figura 42 compara a densidade no estado fresco com o estado endurecido. A perda de 6,93% de densidade entre o estado fresco e endurecido consiste na liberação de água no processo de geopolimerização, dado que justifica a cura das amostras envoltas por plástico filme, de modo a evitar a perda de água por retração, a qual poderia danificar os corpos de prova.

Figura 42 – Densidade no Estado Fresco X Endurecido



Fonte: A autora (2025).

### 5.3. RESISTÊNCIA MECÂNICA

A caracterização mecânica das amostras ocorreu aos 3 dias de idade e foram realizados os ensaios de resistência à tração, resistência à compressão e módulo de elasticidade.

#### 5.3.1. RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

O ensaio de resistência à tração (Figura 43) foi executado com quatro amostras. Durante a análise estatística nenhum valor foi descartado, obtendo o valor de resistência à tração médio de 2,20MPa. Tal resultado se encontra próximo ao relatado por Borçato (2023), amostras de metacaulim ativadas por silicato e hidróxido de sódio com a presença de cal apresentaram de 2,36 a 2,63 MPa com 3 dias de idade.

Figura 43 – Ensaio de Resistência à Tração



Fonte: A autora (2025).

### 5.3.2. RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

O ensaio de resistência à compressão (Figura 44) teve o valor médio de 11,58MPa para 3 dias, com nenhum resultado descartado após análise estatística, apresentando desvio padrão de 1,41.

O presente trabalho resultou em uma resistência inferior ao obtido por Borçato (2023), em que amostras de metacaulim com 10% de cal hidratada apresentaram resistência à compressão na faixa de 40 MPa. Por se tratar de uma amostra de composição similar, mas com maior quantidade de cal hidratada, esperava-se um valor maior, uma vez que o cálcio presente formaria estruturas similares ao C-S-H, conferindo resistência à matriz. O metacaulim tem como característica apresentar faixas endotérmicas e a adição de cálcio atua reduzindo o consumo de energia do sistema (COSTA, BEZERRA e GRIGOLETO, 2024). Isso, somado ao fato de que os corpos de prova foram moldados em dias de inverno ( $5^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ), as reações de geopolimerização tendem a ocorrer de maneira mais lenta, contribuindo para a queda de resistência.

Lahoti et al. (2017) compararam resistência a compressão, aos 28 dias, de vários traços de geopolímeros de metacaulim ativados por hidróxido e silicato de sódio. A relação água/sólidos de 0,50 a 0,60, considerada ideal, apresentou

resistências variando de 10 a 80 MPa. Nessa pesquisa foram adotadas as relações de  $H_2O/Na_2O$  de 12,0; para tal valor, os pesquisadores observaram resistências de 0 a 80 MPa, já considerando  $Al/Na$  de 1,10, as resistências relatadas foram de 20 a 70 MPa. Mesmo obtendo valores menores que os esperados, a resistência à compressão ainda corrobora com os estudos de Lahoti et al. (2017).

Figura 44 – Ensaio de Resistência à Compressão

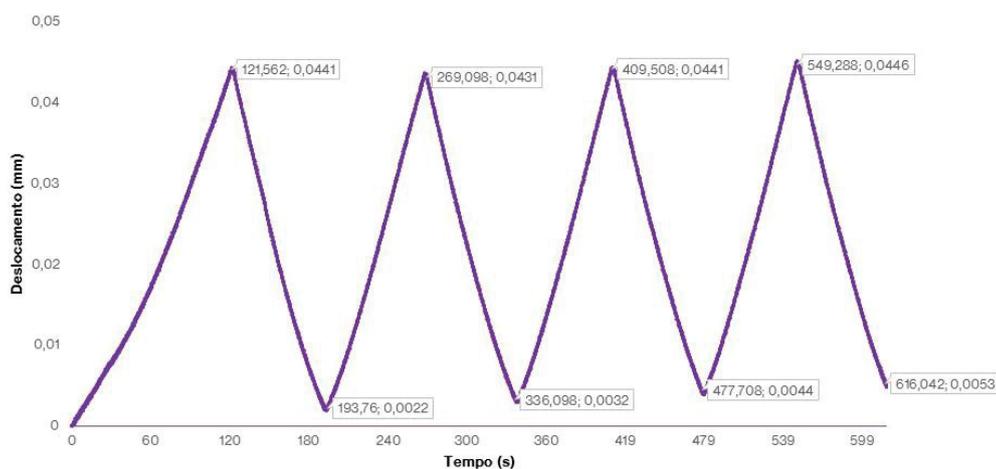


Fonte: A autora (2025).

### 5.3.3. MÓDULO DE ELASTICIDADE

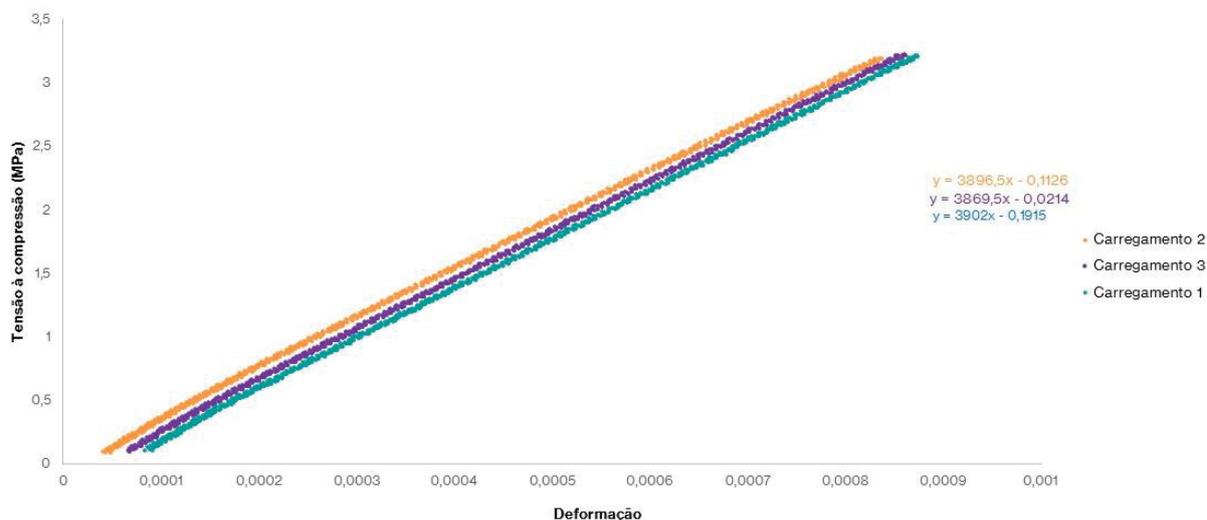
As Figuras 45 e 46 demonstram os gráficos utilizados em uma das amostras para determinar o módulo de elasticidade, sendo a Figura 45 o gráfico deformação por tempo e a Figura 46 as regressões lineares em gráfico deformação por tensão dos 3 carregamentos. Para a caracterização dessa propriedade foram utilizadas 5 amostras. O resultado obtido foi de 3,01 GPa, com nenhum valor descartado após análise estatística, com desvio padrão de 1,04. Tal valor é similar ao reportado por Alves (2018), em seu trabalho, a pesquisadora observou módulo de elasticidade de 3,20 GPa em pastas geopoliméricas de metacaulim com adição de fibras de sisal com 7 dias de idade.

Figura 45 – Gráfico Deformação x Tempo



Fonte: A autora (2025).

Figura 46 – Gráfico Deformação x Tensão



Fonte: A autora (2025).

A presença das fibras promove o aumento do módulo de elasticidade, uma vez que sua interação com a matriz permite uma microestrutura mais densa. Além disso, uma matriz com maior presença de géis contribui para o aumento do E; o contrário ocorre na presença de materiais não reagidos na matriz final, uma vez que estes apresentam rigidez inferior comparado ao gel (WANG et al., 2014; HE et al., 2018; DUXSON et al., 2005).

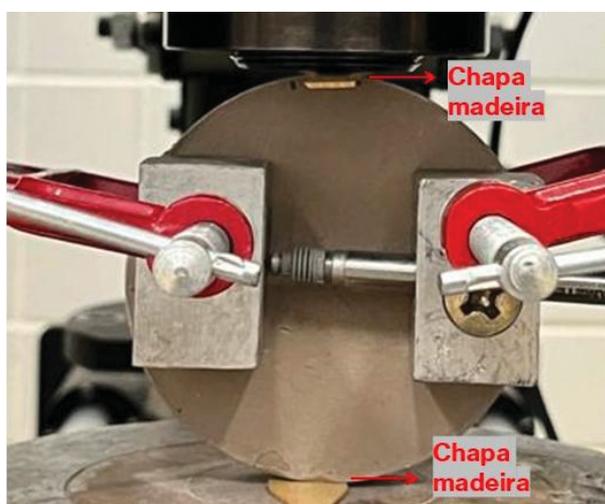
## 5.4. MÉTODOS DE FISSURAÇÃO

Os métodos de fissuração, objetos de estudo do presente trabalho estão apresentados a seguir.

### 5.4.1. COMPRESSÃO DIAMETRAL

A preparação da amostra na prensa se dá pelo seu posicionamento na horizontal, esta apoiada por duas chapas de madeira, sobre o prato da máquina de compressão. No presente trabalho foram utilizadas pás de sorvete de madeira, conforme ilustrado na Figura 47.

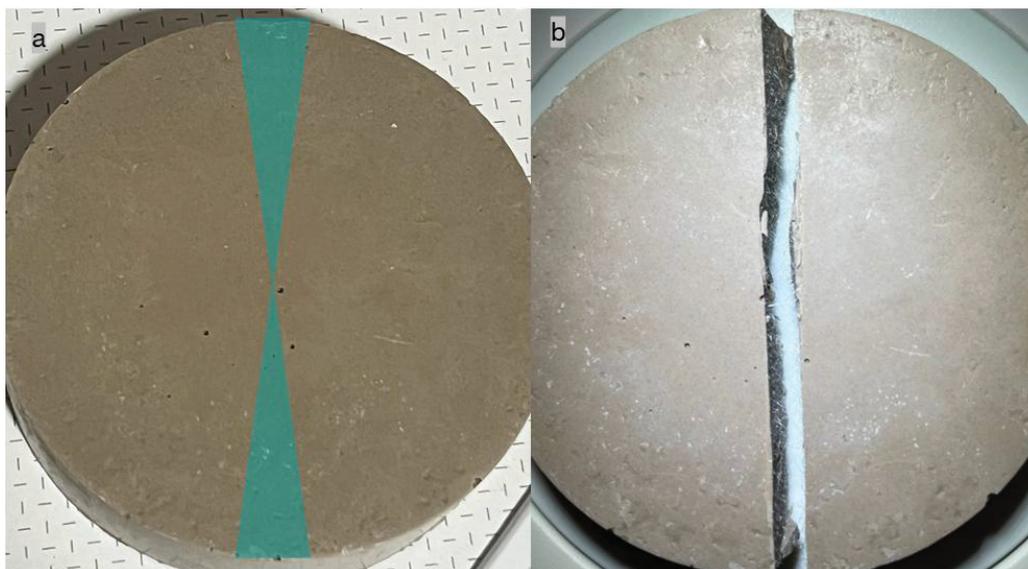
Figura 47 – Posicionamento do Ensaio de Compressão Diametral



Fonte: A autora (2025).

Nas amostras submetidas a compressão diametral a região de fissuração de acordo com a distribuição de tensões no corpo de prova está esquematizada na Figura 48 (a). As fissuras analisadas das amostras de discos tendem a se formar na vertical, próximas ao centro do corpo de prova, tanto na face frontal como na face posterior, ligadas entre si, conforme demonstrado na amostra da Figura 48 (b), que foi submetida ao carregamento até ruptura para análise da ligação entre fissuras frontais e posteriores.

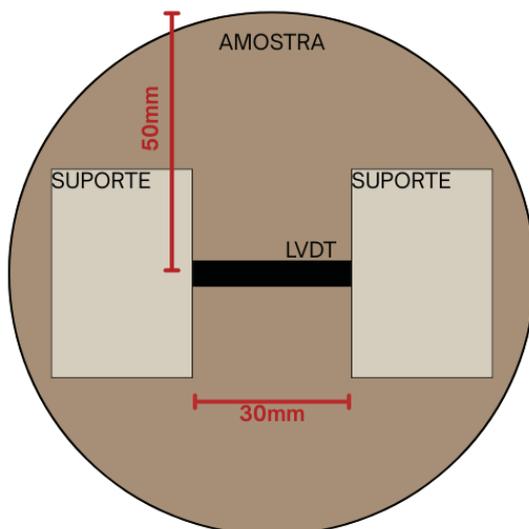
Figura 48 – Compressão Diametral (a) Região de Fissuração (b) Fissura



Fonte: A autora (2025).

O método de fissuração aplicado foi adaptado para atingir a faixa de fissuração de 50 a 100 $\mu$ m. Desse modo, a interrupção do ensaio ocorre quando o transdutor de deslocamento indica uma abertura de fissuras de 80 $\mu$ m, pois após descarregamento a amostra tende a diminuir o tamanho da fissura gerada, devido a deformação elástica do material. Para a melhor fixação do LVDT aos suportes, o controle de abertura foi realizado próximo ao centro da amostra, tanto na vertical como na horizontal, com os suportes distantes 30mm entre si, estando cada um a 15mm do centro (Figura 49). Levando em consideração que o deslocamento máximo ocorre na extremidade da amostra e o menor no centro, foi determinada a abertura que interrompe o ensaio (80 $\mu$ m) e a fissura analisada no presente trabalho foi a abertura gerada em toda a face do corpo de prova, respeitando o intervalo pré-determinado de 50 a 100 $\mu$ m.

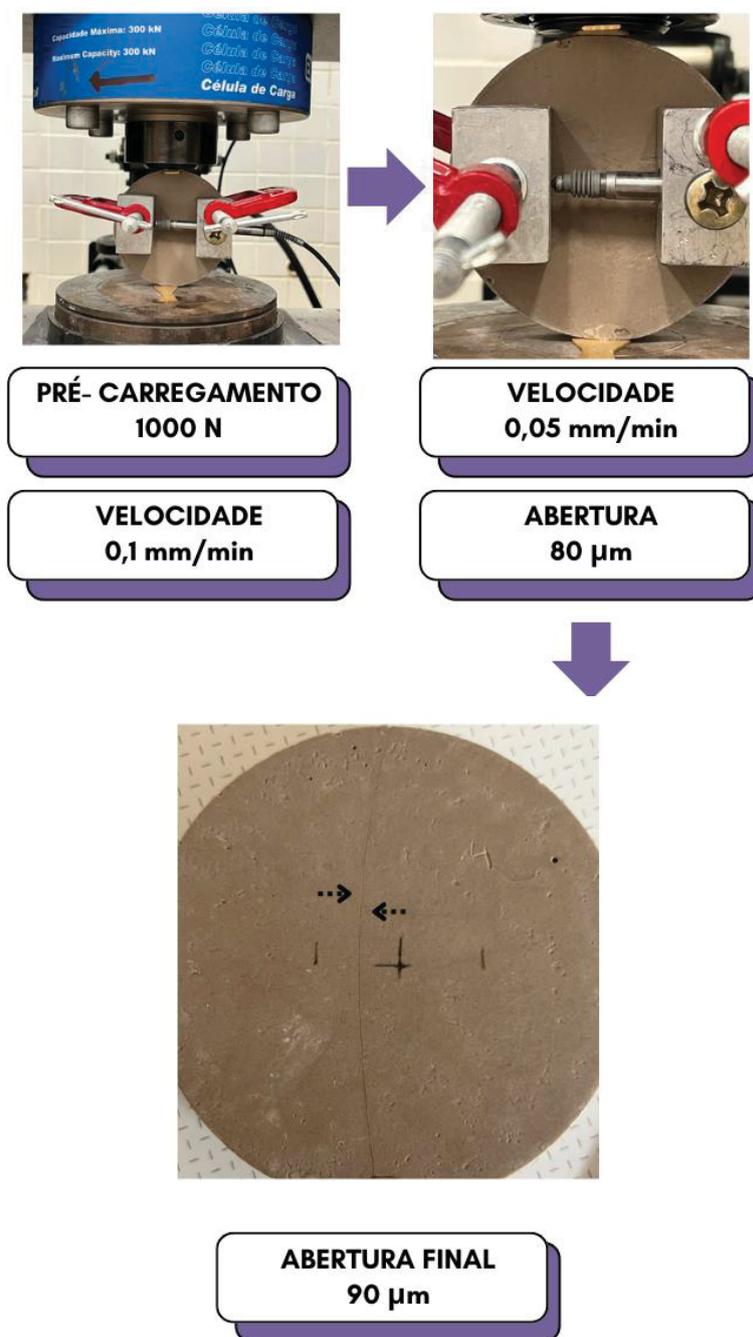
Figura 49 – Esquema de Fixação do LVDT na Compressão Diametral



Fonte: A autora (2025).

O método consiste em uma adaptação da NBR 7222 (2015), o ensaio consiste em uma carga de 1000N aplicada a uma velocidade de 0,25mm/min até a ruptura, para o controle de fissuras a velocidade do ensaio foi modificada. O ensaio de compressão diametral para amostras em discos de  $\varnothing 100 \times 25$  mm resultou no pré-carregamento de 1000N de carga a uma velocidade de 0,1mm/min. Quando o valor da carga pré-estabelecido é atingido, a velocidade diminui para 0,05mm/min. O ensaio é interrompido quando a abertura da amostra atinge 80  $\mu\text{m}$ , conforme esquematizado na Figura 50. O valor de pré-carregamento foi determinado com base na carga que gerou fissuração em testes prévios. Nestes, o menor carregamento que gerou fissuras foi 1200N, por esse motivo foi adotado um valor inferior, uma vez que cargas mais altas poderiam inviabilizar a amostra por criar fissuras sem controle de abertura.

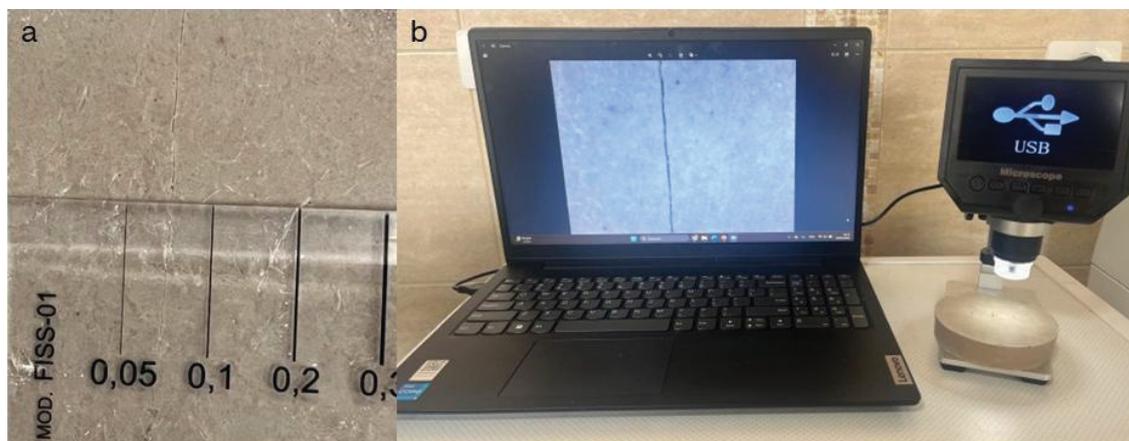
Figura 50 – Esquema Compressão Diametral



Fonte: A autora (2025).

Logo após a finalização do ensaio foi realizada a confirmação preliminar de abertura final da fissura, inicialmente com um fissurômetro e um microscópio ótico digital (Figura 51). Posteriormente a fissura completa foi analisada e mapeada com um microscópio ótico de bancada.

Figura 51 – Análise Inicial da Abertura de Fissuras – Compressão Diametral (a) fissurômetro (b) microscópio portátil

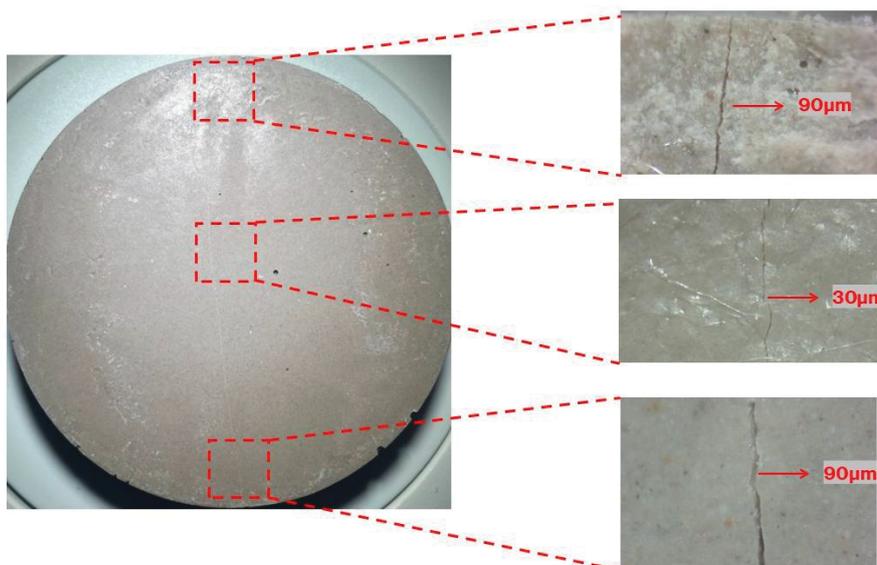


Fonte: A autora (2025).

Após a análise das fissuras geradas nos oito corpos de prova destinados a compressão diametral, o comportamento geral da fissura formada na face frontal atingiu a abertura máxima de  $90\mu\text{m}$  nas bordas e  $30\mu\text{m}$  na região central, com um desvio padrão de 1,95 (Figura 52). A abertura de fissura na região em que foi posicionado o LVDT apresentou redução de 62,5% após o descarregamento, efeito da deformação elástica. Na face posterior, as amostras apresentaram uma abertura similar, devido a interligação das fissuras, nas bordas a abertura de 80 a  $90\mu\text{m}$  e no centro  $30\mu\text{m}$ . Nesse ensaio a ruptura ocorre comprimindo a amostra, portanto, a fissura foi se estreitando até o centro e se alargando do centro até a borda.

Em termos de autocicatrização, as fissuras geradas pelo método de compressão diametral tendem a ter o selamento completo facilitado pela profundidade das fissuras (25 mm), devido a exposição da parcela da fissura mais interna. As amostras, expostas à água ou ao ar, que promovem a formação de carbonato de cálcio, seja pela disponibilidade do íon carbonato ou gás carbônico, respectivamente (BORÇATO, 2023; KAN et al., 2019). O selamento superficial dessas amostras é dificultado pela sua extensão (100 mm) e deposição dos produtos formados tem a tendência de fechamento primeiro nos centros e depois nas pontas, pois aberturas menores tendem a ser fechadas primeiro (WANG et al. 2019b; YANG et al., 2021).

Figura 52 – Mapa de Fissuras Compressão Diametral

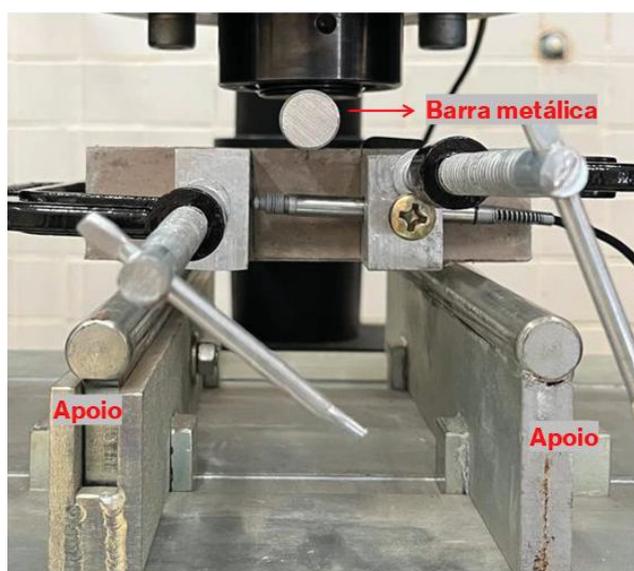


Fonte: A autora (2025).

#### 5.4.2. FLEXÃO A 3 PONTOS

As amostras foram apoiadas em uma placa metálica com dois apoios, com ligeira capacidade de inclinação, distantes 100mm entre si. Na parte de cima foi colocada uma barra com diâmetro de 19mm e 100mm de comprimento para aplicação da carga no centro do corpo de prova, conforme demonstrado na Figura 53.

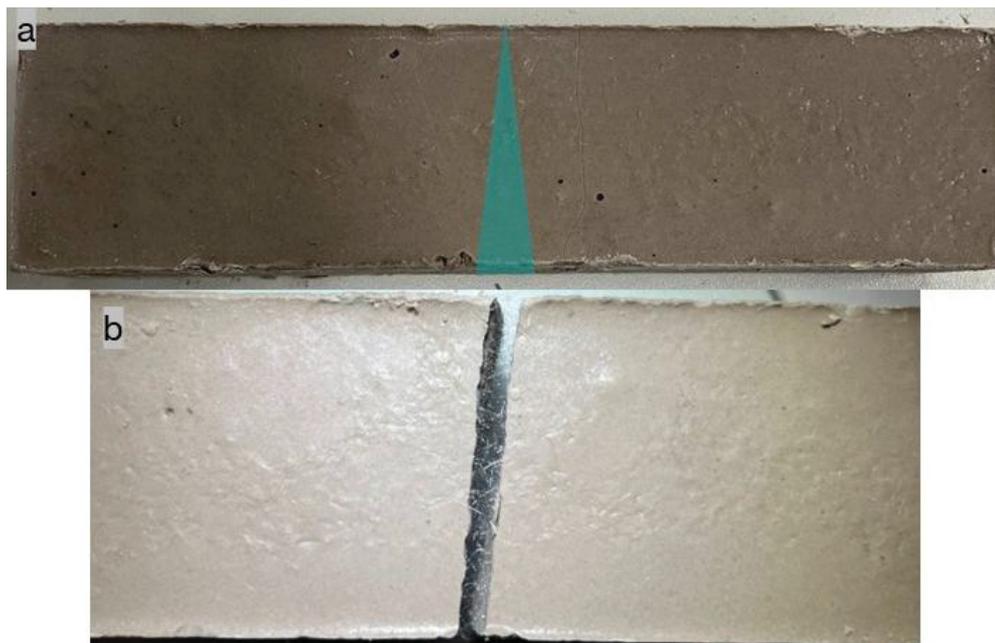
Figura 53 – Posicionamento do Ensaio de 3 Pontos



Fonte: A autora (2025).

A região de fissuração ocorre conforme esquematizado na Figura 54 (a). A distribuição de tensões no corpo de prova inicia a abertura pela base, sendo esta a maior abertura e a fissura analisada no presente trabalho. As fissuras analisadas das amostras tendem a se formar em linha reta, próximas ao centro do corpo de prova, tanto na face frontal como na face posterior, ligadas entre si, conforme demonstrado na Figura 54 (b).

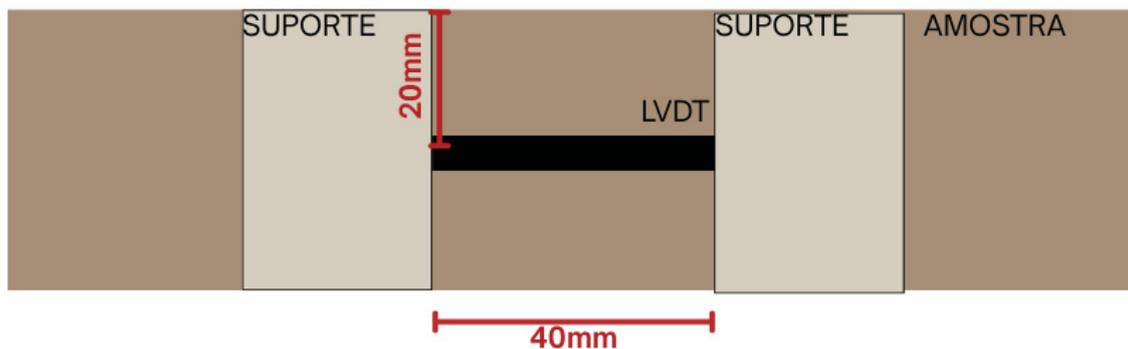
Figura 54 – Flexão a 3 Pontos (a) Região de Fissuração (b) Fissura



Fonte: A autora (2025).

Nas amostras prismáticas o LVDT foi fixado no centro das amostras na face frontal, conforme esquematizado na Figura 55. Os suportes foram mantidos equidistantes 40mm para padronização do ensaio, de modo que não interferissem nos dois apoios da face inferior. Já na altura, eles foram mantidos no centro das amostras para facilitar a fixação dos suportes a partir dos grampos metálicos. As amostras prismáticas têm a maior abertura na face inferior e o LVDT foi posicionado na face frontal. Tal diferença foi levado em consideração de modo que a abertura final das fissuras ficasse dentro do intervalo pré-estabelecido de 50 a 100 $\mu$ m.

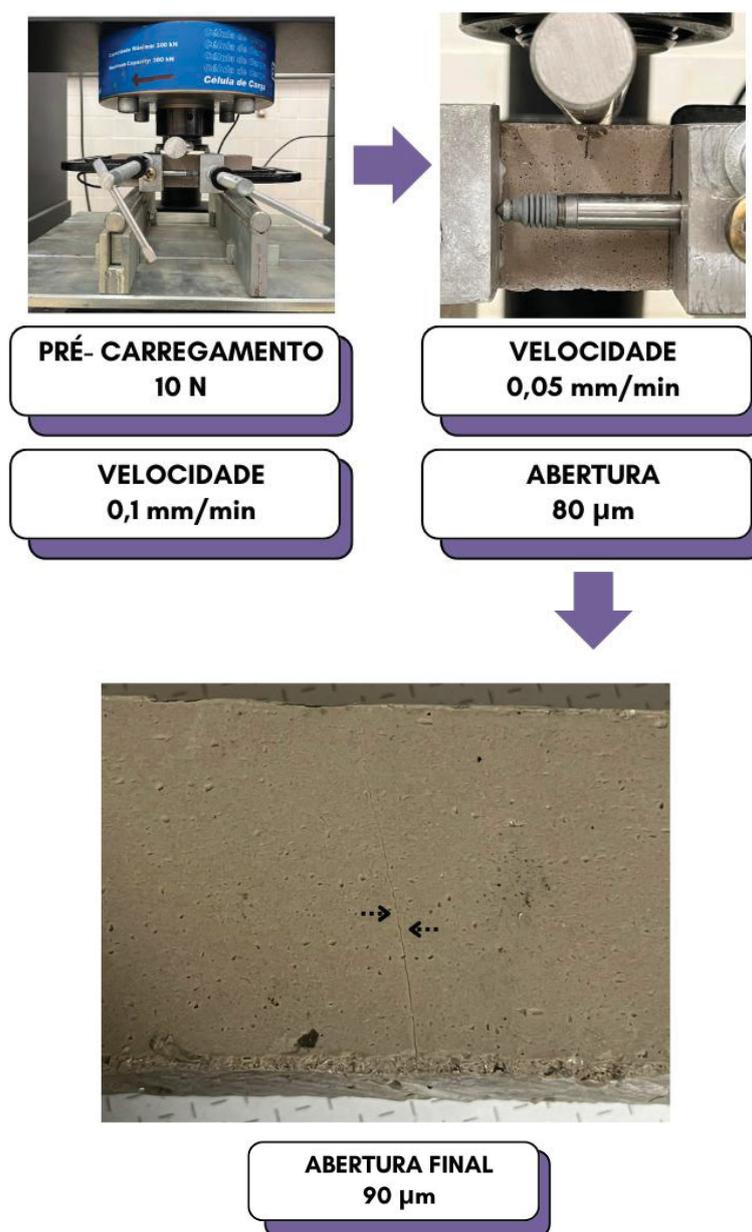
Figura 55 – Esquema de Fixação do LVDT na Flexão a 3 Pontos



Fonte: A autora (2025).

O método consiste em uma adaptação da NBR 13279 (2005), o ensaio consiste em uma carga de 20kN aplicada a uma velocidade de 50N/s até a ruptura, para o controle de fissuras a velocidade do ensaio e carga foram modificadas. O método de tração por flexão a 3 pontos se inicia com a aplicação do pré-carregamento de 10N de carga a uma velocidade de 0,1mm/min. Ao atingir o valor pré-estabelecido, a velocidade diminui para 0,05mm/min até a abertura atingir a faixa 80 $\mu$ m, controlada por um transdutor de deslocamento com precisão de 0,0001mm (Figura 56). A abertura de fissuras determinada levou em consideração a deformação elástica do material. Em relação ao método anterior, o pré-carregamento é menor devido ao princípio de que nesse ensaio a ruptura ocorre por tração, o qual tem resistência inferior comparada à compressão. O valor de 10N do pré-carregamento foi determinado com base em testes prévios, nos quais o menor carregamento que gerou fissuras foi 300N.

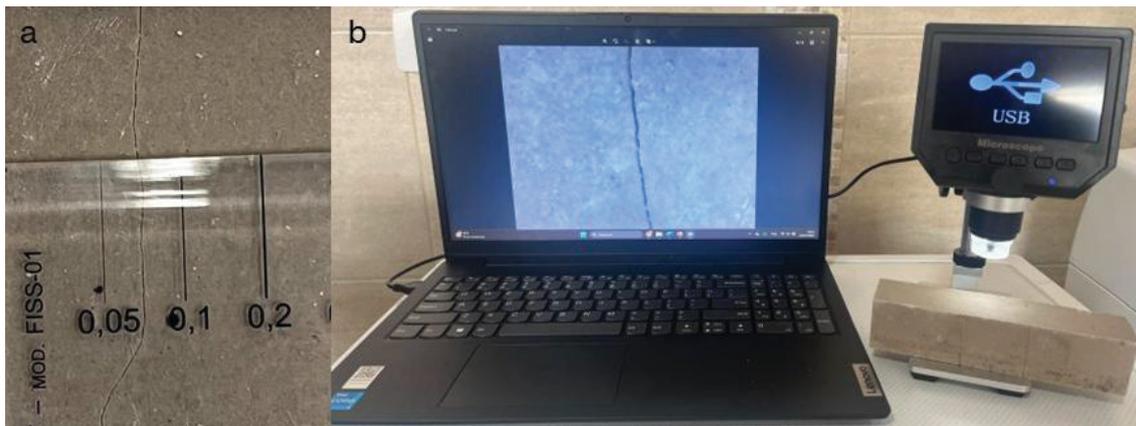
Figura 56 – Esquema de Flexão a 3 pontos



Fonte: A autora (2025).

Logo após a finalização do ensaio foi realizada a confirmação preliminar de abertura final da fissura, da face inferior, inicialmente com um fissurômetro e um microscópio ótico digital (Figura 57).

Figura 57 – Análise Inicial da Abertura de Fissuras - 3 pontos (a) fissurômetro (b) microscópio portátil

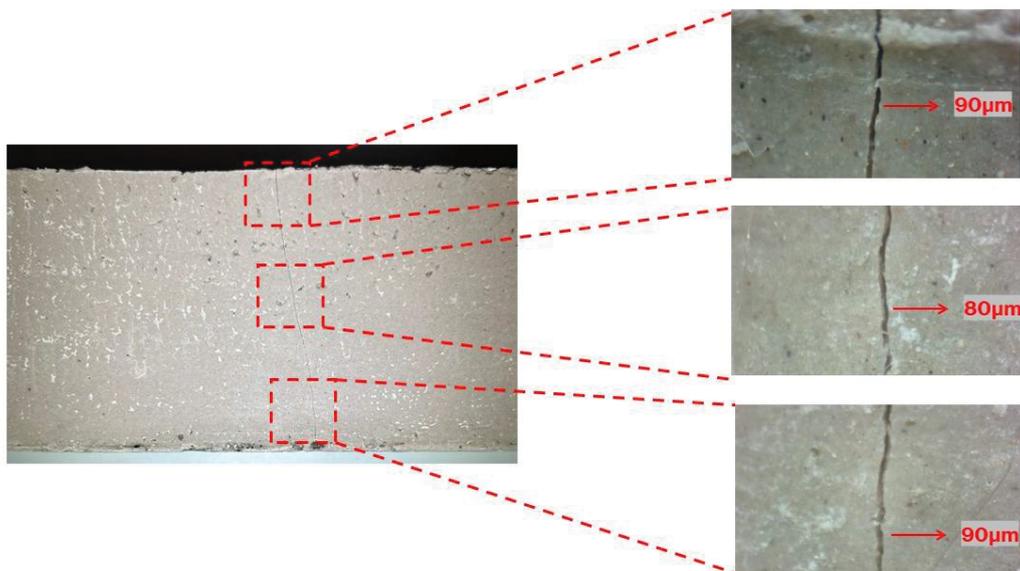


Fonte: A autora (2025).

Após a análise prévia, as fissuras foram mapeadas em microscópio ótico de bancada. O comportamento geral das oito amostras destinadas ao método de flexão a 3 pontos teve a fissura formada na base do corpo de prova atingindo a abertura máxima de  $90\mu\text{m}$  variando até  $80\mu\text{m}$  no centro, com desvio padrão de 1,06 (Figura 58). No centro da face frontal, região em que foi posicionado o LVDT, a fissura apresentou  $15\mu\text{m}$  de abertura, caracterizando uma deformação elástica de 81,25%. Como nesse ensaio a ruptura ocorre por tração na base, a fissura se manteve com pouca variação ao longo do corpo de prova.

Em termos de autocicatrização, as fissuras geradas pelo método de tração a 3 pontos tendem a ter o selamento completo mais demorado comparado as fissuras dos discos de compressão diametral. Considerando a geometria da fissura, os prismas, apesar de terem uma extensão da fissura menor (40 mm), apresentam maior profundidade (40 mm), considerando a menor exposição da parcela da fissura mais interna, seu preenchimento tem maior dificuldade. Em contrapartida, o selamento superficial dessas amostras tende a ser facilitado, uma vez que possuem menor extensão comparados aos discos. Os dois métodos possuem a maior abertura de  $90\mu\text{m}$ , mas os discos têm um afunilamento na fissura, o que não ocorre nos prismas, uma vez que estes tendem a ter pouca variação na abertura. Desse modo, a deposição dos produtos formados não tem a tendência de selamento em uma parcela primeiro, como é nos discos, pois aberturas menores tendem a ser fechadas antes (WANG et al. 2019b; YANG et al., 2021)

Figura 58 – Mapa de Fissuras Flexão a 3 Pontos



Fonte: A autora (2025).

#### 5.4.3. MONTEVIDEO

O método de Montevideo se inicia com a preparação da amostra cúbica 75x75x75mm com um entalhe de 2,5 mm de profundidade, este realizado por uma serra manual. Acima do entalhe foi posicionada uma cunha de acrílico com inclinação de 15° para receber a carga de fissuração. Na face inferior do corpo de prova foi posicionada uma barra metálica de 15x15x100mm de modo que permitisse a abertura de fissura a partir da rotação (Figura 59).

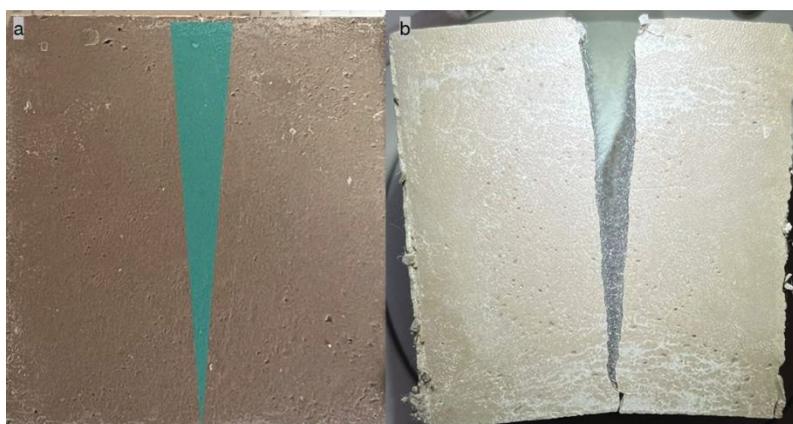
Figura 59 – Posicionamento do Ensaio de Monteideo



Fonte: A autora (2025).

No ensaio de Monteideo a distribuição de tensões se dá conforme esquematizado na Figura 60(a). A partir do entalhe a fissura é gerada, por rotação; desse modo a maior abertura é na parte superior da face frontal e posterior. As fissuras dessas amostras de cubos tendem a se formar na vertical (do entalhe até a barra de apoio), no centro do corpo de prova, ligadas entre si na face frontal e na posterior (Figura 60(b)).

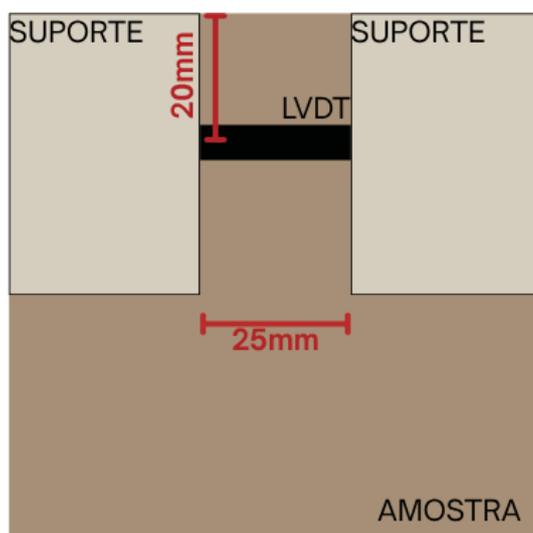
Figura 60 – Monteideo (a) Região de Fissuração (b) Fissura



Fonte: A autora (2025).

No ensaio de Montevideo o LVDT foi fixado próximo à borda com entalhe na face frontal, conforme esquematizado na Figura 61. Os suportes foram mantidos equidistantes 25mm para padronização do ensaio, de sua fixação fosse realizada com os grampos metálicos. Já na altura, eles foram alocados próximos ao entalhe dos cubos, de modo que registrassem a fissuração perto do local de maior abertura e não interferissem no carregamento. Nos corpos de prova cúbicos, foi possível posicionar o LVDT no local e maior abertura de fissuras, desse modo, a deformação elástica foi a menor entre todos os métodos comparados, uma vez que as amostras apresentavam o entalhe pré-existente. Como nos demais métodos, abertura final das fissuras permaneceu dentro da faixa estipulada de 50 a 100 $\mu$ m.

Figura 61 – Esquema de Fixação do LVDT no Montevideo



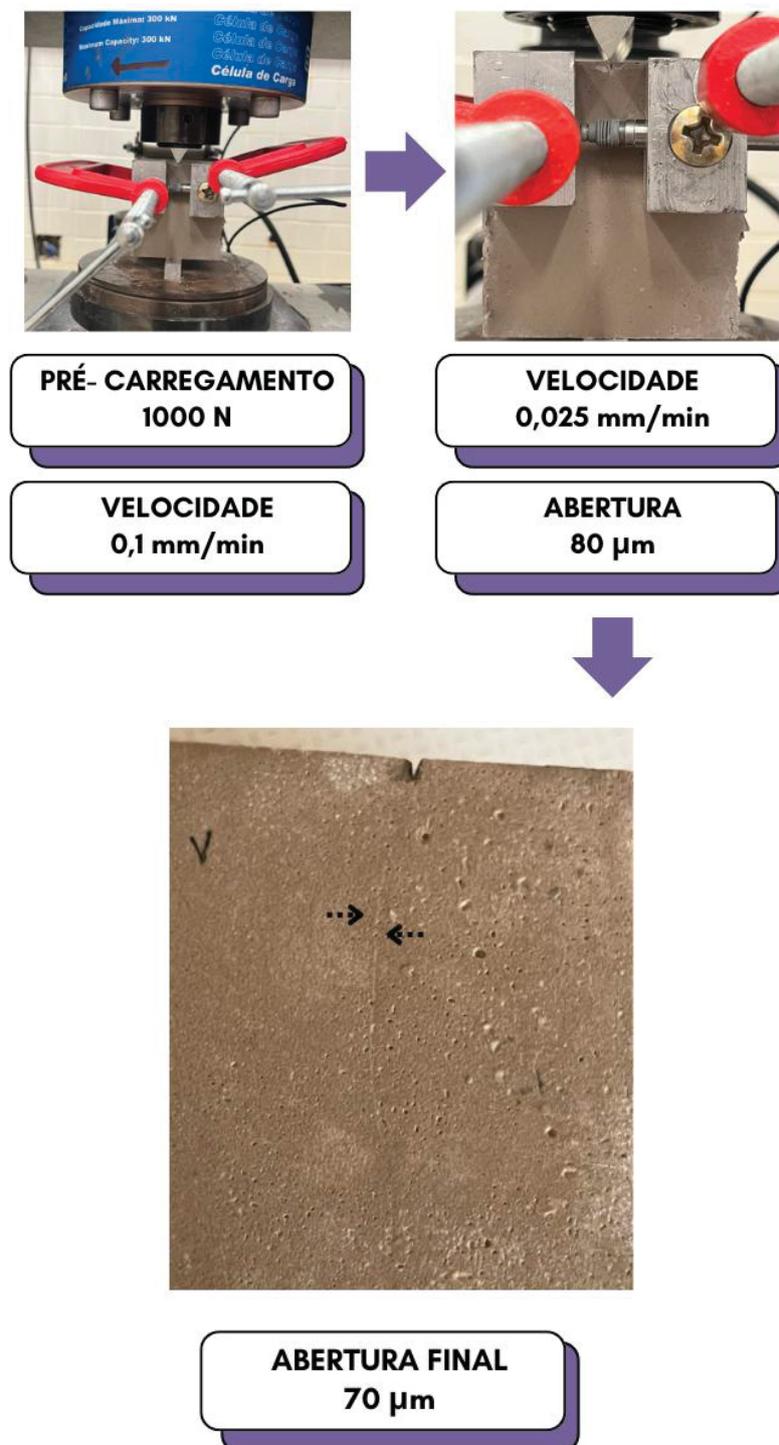
Fonte: A autora (2025).

O ensaio é iniciado com pré-carregamento de 1000 N de carga a uma velocidade de 0,1mm/min. Em seguida, a velocidade diminui para 0,025mm/min até a abertura atingir a faixa de 80 $\mu$ m, de modo que a fissura final esteja entre 50 e 100 $\mu$ m considerando a deformação elástica do material. O controle de aberturas é realizado por um transdutor de deslocamento com precisão de aproximadamente 0,0001 mm posicionado perpendicularmente a abertura da fissura.

O valor de pré-carregamento foi determinado com o menor carregamento de fissuração em testes prévios, 1300N; por esse motivo foi adotado o valor de 1000N. Em relação as amostras em formato de disco, a velocidade do ensaio foi diminuída, isso devido ao entalhe que induz a formação da fissura e exige uma abertura mais

lenta, quando testado a uma velocidade de 0,05mm/min a abertura se mostrou mais abrupta, perdendo o controle de precisão do ensaio (Figura 62).

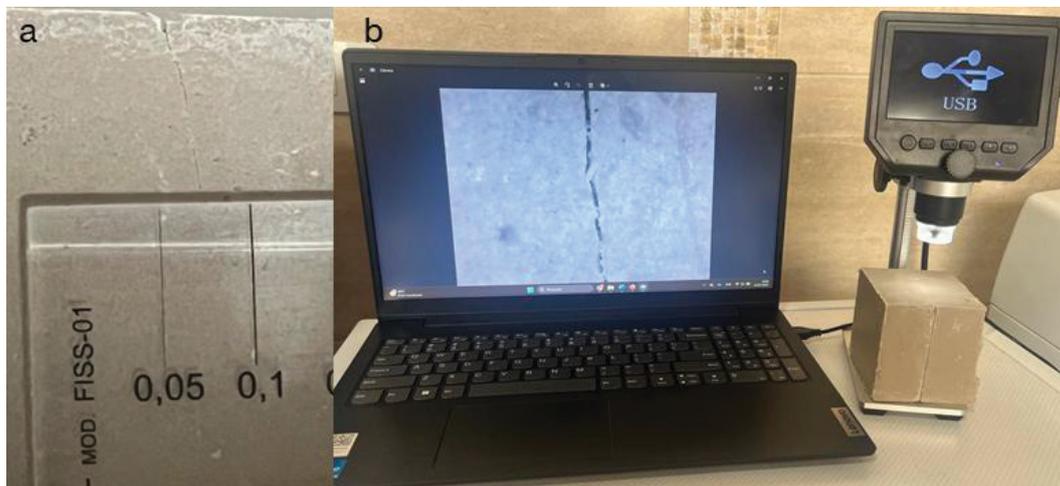
Figura 62 – Esquema de Montevideo



Fonte: A autora (2025).

Logo após a finalização do ensaio foi realizada a confirmação preliminar de abertura final da fissura inicialmente com um fissurômetro e um microscópio ótico digital (Figura 63).

Figura 63 – Análise Inicial da Abertura de Fissuras - Montevideo (a) fissurômetro (b) microscópio portátil



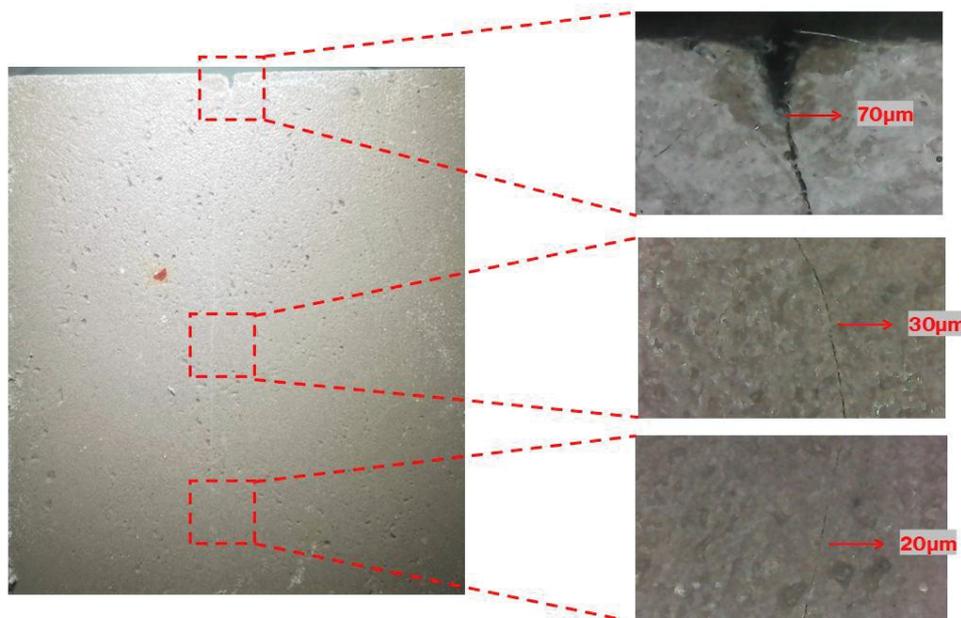
Fonte: A autora (2025).

Após a fissuração e análise prévia da abertura de fissuras, as amostras foram analisadas em microscópio ótico de bancada para mapeamento da sua geometria (Figura 64). O comportamento geral dos oito corpos de prova destinados ao Montevideo apresentou a fissura formada na face frontal com abertura máxima de  $70\mu\text{m}$ , está na borda, próxima ao entalhe, na região em que foi posicionado o LVDT, caracterizando uma deformação elástica de 12,5%. Na face posterior, as amostras apresentaram uma abertura similar, devido a interligação das fissuras; próximo ao entalhe apresentou  $70\mu\text{m}$  e na base  $20\mu\text{m}$ . Como nesse ensaio a ruptura ocorre com rotação, a fissura foi se estreitando ao longo do corpo de prova, com cerca de  $30\mu\text{m}$  na região central e  $20\mu\text{m}$  próximo a base.

Para o fechamento das fissuras, as amostras têm a maior profundidade ( $75\text{ mm}$ ), com a menor exposição (água ou ar) da parcela da fissura mais interna, o preenchimento da abertura apresenta maior dificuldade. Considerando a geometria da fissura, apresentam uma extensão da fissura intermediária ( $75\text{ mm}$ ), em relação ao selamento superficial. Dentre os métodos, apresentou a menor abertura de fissura ( $70\mu\text{m}$ ), potencializando o selamento superficial, uma vez que ao longo da sua extensão tende a se afunilar, chegando a  $20\mu\text{m}$  na base da amostra, pois aberturas

menores tendem a ser fechadas antes, fazendo alusão a um zíper (WANG et al. 2019b; YANG et al., 2021).

Figura 64 – Mapa de Fissuras Montevideo



Fonte: A autora (2025).

#### 5.4.4 COMPARATIVO DOS MÉTODOS

A Tabela 9 demonstra um comparativo entre as fissuras geradas pelos métodos de fissuração abordados no presente trabalho. Nela, é possível perceber que as amostras submetidas ao método de Montevideo tiveram a menor redução de abertura, pelo modo com que a fissura é formada nesse ensaio. Em contrapartida, a maior diferença entre a fissura gerada e a fissura após o descarregamento ocorre nas amostras de flexão a 3 pontos, devido ao fato de que a face em que foi medido o deslocamento é diferente da face em que a fissura de maior abertura é gerada. A maior abertura final, comparada na tabela, é correspondente a maior abertura observada na face em que a fissura foi analisada, esta devendo estar no intervalo estipulado de 50 a 100µm. Em cada método essa maior abertura foi medida em uma posição, nos discos próximo as bordas, nos prismas na fissura de baixo próximo as bordas e nos cubos próximos ao entalhe, isso devido a diferença na distribuição de tensões para obtenção das fissuras.

Em termos da fissura em si, as amostras de compressão diametral e de Montevideo apresentam comportamento semelhante, as primeiras em formato de ampulheta, sendo maiores nas bordas e estreitando no centro. Já os corpos de prova submetidos ao ensaio de Montevideo têm a maior abertura no entalhe e vão diminuindo ao longo do corpo de prova, atingindo o menor valor próximo a sua base. As fissuras geradas pelo método de flexão a 3 pontos tendem a ter sua largura com pouca variação ao longo da face base da amostra. Em relação a profundidade, as amostras apresentaram como profundidade a altura dos corpos de prova, sendo 25mm para compressão diametral, 40mm para flexão a 3 pontos e 75mm para Montevideo.

Tabela 9 – Comparativo dos Métodos de Fissuração

Parâmetros	Compressão Diametral	Flexão a 3 Pontos	Montevideo
Amostras	Ø100x25 mm	40x40x160 mm	75x75x75 mm
Abertura de fissuras (critério de parada)	80µm	80µm	80µm
Abertura final (Região LVDT)	30µm	15µm	70µm
Maior abertura final	90µm	90µm	70µm
Redução da abertura (LVDT)	62,5%	81,25%	12,5%
Extensão da fissura	100mm	40mm	75mm
Profundidade da fissura	25mm	40mm	75mm

Fonte: A autora (2024)

A obtenção das fissuras é mais rápida no método de flexão a 3 pontos, isso ocorre devido a fissura nesse método ser gerada por forças de tração, que tendem a ser menores, uma vez que materiais cimentícios tem por característica a menor resistência à tração. O segundo método mais rápido é o Montevideo, devido ao entalhe presente na amostra, este já cria uma região em que a fissura vai ocorrer, facilitando sua obtenção (SEGURA-CASTILLO, FIGUEIREDO e MONTE, 2017), mesmo que tenha a menor velocidade de aplicação de carga em relação aos demais. As amostras de compressão diametral são as mais demoradas, pois ocorrerem através da compressão, não apresentarem entalhe e ainda têm a maior dimensão.

O método de compressão diametral tem sua execução facilitada, já que exige apenas as pás de sorvete para evitar o esmagamento da amostra. Seguido das

amostras de flexão a 3 pontos, para sua execução é necessário ter dois apoios metálicos e uma barra circular para aplicação da carga, trabalhando de forma similar a aparelhagem do ensaio da NBR 13279 (2005), mas permitindo a fixação dos suportes metálicos que seguram do LVDT nas amostras. A maior dificuldade de execução está no método de Montevideo, uma vez que exige a preparação da amostra com entalhe, que deve ter a profundidade uniforme ao longo da amostra, além disso, exige a confecção de uma cunha para aplicação da carga e de uma barra metálica quadrada para servir de base do corpo de prova.

Em relação ao tamanho dos corpos de prova, a altura das amostras pode dificultar a análise das fissuras e suas aberturas. Isso, pois os microscópios óticos têm limitação da altura das lentes, os corpos de prova de 75 mm ficaram no limite de altura do aparelho. Caso os corpos de prova fossem mais altos teríamos que optar por diminuir o aumento do microscópio, diferenciando as imagens geradas entre os métodos, ou ainda a opção por outra forma de avaliar visualmente as fissuras.

## 6. CONCLUSÕES

Os três métodos testados no presente trabalho foram, com as adaptações sugeridas, principalmente relacionadas as cargas de pré-carregamento e velocidade de carregamento, foram capazes de gerar fissuras com o controle de abertura, nesse caso especificado em  $80\mu\text{m}$ , podendo ser replicado para outras aberturas. A capacidade de controlar a abertura das fissuras permite maior precisão na simulação de fissuração das estruturas sob condições reais de esforços.

Todos os métodos tiveram a interrupção com a abertura de  $80\mu\text{m}$ , porém cada um teve uma abertura final, devido ao comportamento elástico do material. Os discos de compressão diametral e de flexão a 3 pontos tenderam a maior abertura de  $90\mu\text{m}$ , enquanto as amostras de Montevideo de  $70\mu\text{m}$ . A diferença está na região em que foi medido o deslocamento do LVDT, isso pois, devido a logística do ensaio, nas amostras de discos e primas o sensor foi posicionado em outra região, que não tem a maior abertura da fissura. Enquanto, no Montevideo, foi possível posicioná-lo na região de maior abertura, proporcionando que a maior região atingisse a abertura de  $80\mu\text{m}$  durante o ensaio. Esse comportamento é indicativo de que o local de posicionamento do sensor LVDT deve ser levado em consideração para obtenção da abertura de fissuras desejada.

Outra singularidade entre os métodos foi a diferença entre a abertura de  $80\mu\text{m}$ , sendo este o critério de parada dos ensaios, e a abertura final, após o descarregamento das amostras. Os discos submetidos a compressão apresentaram uma diminuição de 62,5%, enquanto os corpos de prova de tração a 3 pontos indicaram 81,25% de diminuição e os cubos do Montevideo, 12,5%. Tal desempenho é indicativo de que o comportamento elástico influencia nas formas de fissuração do material, ou seja, amostras com entalhe tem o escoamento mais livre, permitindo a fissuração com maior facilidade, diminuindo sua porcentagem de elasticidade.

Em relação a velocidade de carregamento, todos os métodos utilizaram o mesmo valor para o pré-carregamento, sendo ele de 0,1mm/min. Para a segunda etapa, de fissuração, a velocidade precisa ser reduzida para melhor controle da abertura medida do LVDT. Dentre os métodos foi possível observar que o Montevideo, por ter um entalhe, tem sua abertura mais sensível. Desse modo, a

velocidade de aplicação de carga durante o ensaio teve que ser reduzida para 0,025 mm/min, quando comparado aos outros métodos, os quais utilizaram 0,05mm/min.

Em termos de pré-carregamento, compressão diametral e Montevideo tiveram o valor de 1000N, enquanto a flexão a 3 pontos teve esse valor reduzido a 10N. Isso, pois a fissuração nessa amostra se dá por esforços de tração por flexão, sob as quais as matrizes cimentícias apresentam menor resistência.

A autocicatrização, focando em selamento das fissuras de forma superficial tende a ser facilitada nos métodos de compressão diametral e Montevideo, pois a abertura vai afunilando ao longo da fissura. O método de compressão diametral tem como contrapartida a extensão da sua fissura, que é a maior dentre os avaliados, mas tem como aspecto positivo a sua profundidade (25 mm). O Montevideo tem como desvantagem a sua profundidade, pois a disponibilidade de água e/ou ar nessas amostras dificulta a formação dos compostos responsáveis pelo selamento, sejam eles os géis N-A-S-H, C-(A)-S-H ou o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ). Devido a geometria das amostras, o método de flexão a 3 pontos tem a menor extensão, porém a abertura de fissuras tende a ser constante, sem o efeito de afunilamento, desse modo as amostras tendem a demorar mais para selar suas fissuras.

A escolha de cada método vai depender de qual autocicatrização cada estudo for focar, se o selamento superficial for o foco, as amostras de tração por flexão a 3 pontos são mais recomendadas, entretanto as amostras de MVD, devido ao afunilamento da fissura, favorecendo o fechamento das fissuras. Mas, se o selamento total for o objetivo, o método de fissuração mais indicado seria a compressão diametral considerando a profundidade da amostra em termos de disponibilidade de água e/ou ar para formação dos produtos de autocicatrização. A indicação do melhor método a ser seguido depende do foco de cada pesquisa e dos objetivos a serem alcançados, desse modo, todos os métodos de fissuração podem ser replicados e devem ser escolhidos de acordo com a finalidade de cada trabalho. Além disso, os ensaios descritos no presente trabalho devem ser adaptados para a realidade de cada laboratório, levando em consideração os diferentes materiais disponíveis, desde a prensa, o transdutor de deslocamento até os suportes de fixação e barras metálicas para auxiliar na execução de cada método.

A partir dos resultados obtidos no presente trabalho considerando amostras de pasta geopolimérica submetidas a ensaios de fissuração aos 3 dias de idade, com controle de abertura de fissuras por LVDT e fixação em suportes metálicos, o método de flexão a 3 pontos se mostra o mais indicado. Esse método foi escolhido levando em conta o melhor ensaio para replicação, desconsiderando a autocicatrização, uma vez que exige os aparatos simples para execução, além da rapidez de fissuração e a dispensa de preparação da amostra, como por exemplo o método de Montevideo exige a execução de um entalhe. Além disso, as fissuras geradas apresentam o menor desvio padrão entre os métodos, favorecendo a constância do método.

## 6.1 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Baseado nos resultados obtidos nesta pesquisa e nas limitações encontradas durante execução do programa experimental, sugere-se como trabalhos futuros, de modo a promover a continuidade do estudo desenvolvido:

- Avaliar o efeito da autocicatrização em amostras submetidas aos métodos para comparar se o selamento se dá de forma diferente;
- Avaliar o efeito dos métodos de fissuração em amostras de composição distinta, com precursores como cinza volante ou cinza de casca de arroz e ativadores a base de potássio, por exemplo;
- Avaliar o efeito dos métodos de fissuração em argamassas geopoliméricas;
- Avaliar outros métodos de fissuração com possível aplicação em amostras geopolimérica para autocicatrização.

## REFERÊNCIAS

AL-AMEEN, E.; BLANCO, A.; CAVALARO, S. Durability, permeability, and mechanical performance of sprayed UHPC, as an attribute of fibre content and geometric stability. **Construction and Building Materials**, v. 407, 2023.

AL-TABBAA, A.; LITINA, C.; GIANNAROS, P.; KANELLOPOULOS, A.; SOUZA, L. First UK field application and performance of microcapsule-based self-healing concrete. **Construction and Building Materials**, v. 208, 2019.

ALBIDAH, A.; ALQARNI, A. S.; ABBAS, H.; ALMUSALLAM, T.; AL-SALLOUM, Y. Behavior of Metakaolin-Based geopolymer concrete at ambient and elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 317, 2022.

ALBITAR, M.; MOHAMED ALI M.S.; VISINTIN, P.; DRECHSLER, M. Durability evaluation of geopolymer and conventional concretes. **Construction and Building Materials**, v. 136, p. 374-385, 2017.

ALSHAAER, M. Synthesis and characterization of self-healing geopolymer composite. **Construction and Building Materials**, v. 245, 2020.

ALVES, L. C. S.; **Geopolímero à base de metacaulim com adição de fibras de sisal**. Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Uberlândia, 2018.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **ACI 212.3R**: Report on chemical admixtures for concrete. Farmington Hills: ACI, 2016.

AMORIM JÚNIOR, N. S.; NETO, J. S. A.; SANTANA, H. A.; CILLA, M. S.; RIBEIRO, D. V. Durability and service life analysis of metakaolin-based geopolymer concretes with respect to chloride penetration using chloride migration test and corrosion potential. **Construction and Building Materials**, v. 287, 2021.

AMRAN, Y. M., ALYOUSEF, R., ALABDULJABBAR, H., EL-ZEADANI, M. Clean production and properties of geopolymer concrete; A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 251, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7175: Cal hidratada para argamassas: especificação.** Rio de Janeiro: ABNT, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Concreto e argamassa – Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos.** NBR 7222. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão.** NBR 13279. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 1: Requisitos.** NBR 15894. Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Cimento Portland e matérias-primas – Análise química por espectroscopia de raios-X – Método de ensaio.** NBR 14656. Rio de Janeiro, 2001.

BAKHAREV, T. Durability of geopolymer materials in sodium and magnesium sulfate solutions. **Cement and Concrete Research**, v. 35, p. 1233-1246, 2005.

BELTRAME, N. A. M. **Efeito da cura por carbonatação no ataque por sulfatos em concreto geopolimérico.** Tese (Doutorado), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Paraná, 2023.

BOCA SANTA, R. **Desenvolvimento de Geopolímeros a partir de Cinzas Pesadas Oriundas da Queima do Carvão Mineral e Metacaulim Sintetizado a partir de Resíduo da Indústria do Papel.** Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

BORÇATO, A. L. **Autocicatrização em geopolímero à base de metacaulim por meio de incorporação de adições cristalizantes e expansivas.** Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Paraná, 2023.

BORÇATO A. L.; BELTRAME, N. A.; OLIVEIRA, T. A.; MEDEIROS-JUNIOR, R. A. Microstructure and mechanical properties of geopolymers with different dolomitic lime contents. **IBRACON Structures and Materials Journal**, v. 18, 2024.

BORÇATO, A. L.; MEDEIROS-JUNIOR, R. A. Self-healing in metakaolin-based geopolymers with crystalline admixture, expansive agent, and hydrated lime. **Construction and Building Materials**, v. 418, 2024.

BRITO, L. A. T. **Avaliação e Análise Paramétrica do Ensaio de Compressão Diametral Sob Cargas Repetidas em Misturas Asfálticas**. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2006.

CAI, J., PAN, J., LI, X., TAN, J., LI, J. Electrical resistivity of fly ash and metakaolin based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 234, 2020a.

CAI, J.; LI, X.; TAN, J.; VANDEVYVERE, B. **Thermal and compressive behaviors of fly ash and metakaolin-based geopolymer**. *Journal of Building Engineering*, v. 30, p.101307, 2020b.

CARVALHO JR., J. A.; LACAVALA, P. T. **Emissões em Processos de Combustão**. São Paulo: ed. UNESP, 135 p., 2003.

CASTRO, J.T.P.; MEGGIOLARO M.A. **Técnicas e Práticas de Dimensionamento Estrutural sob Cargas Reais de Serviço: Volume II- Propagação de Trincas, Efeitos Térmicos e Estocásticos**, ISBN 1449514707, 2009.

CHEN, K.; WU, D.; XIA, L.; CAI, Q.; ZHANG, Z. Geopolymer concrete durability subjected to aggressive environments—a review of influence factors and comparison with ordinary Portland cement. **Construction and Building Materials**, v. 279, 2021.

CONTERATO, L. **Rochas Basálticas: Obtenção de Parâmetros Elásticos pelo Ensaio de Tração Indireta**. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal Rio Grande do Sul, 2011.

COSTA, A.G.M.; BEZERRA, A.C.S; GRIGOLETO, F.M. **Calorimetria isotérmica em geopolímeros binários de resíduos de construção e demolição**. ENTAC, 2024.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers - Inorganic polymeric new materials. **Journal of Thermal Analysis**. v. 37, n. 8, p. 1633-1656, 1991.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer Chemistry and Applications**. Institut Géopolymère, 5 ed., France, 2015.

DE BELIE, N.; GRUYAERT, E.; AL-TABBAA, A.; ANTONACI, P.; BAERA, C.; BAJARE, D.; DARQUENNES, A.; DAVIES, R.; FERRARA, L.; JEFFERSON, T.; LITINA, C.; MILJEVIC, B.; OTLEWSKA, A.; RANOGAJEC, J.; ROIG-FLORES, M.; PAINE, K.; LUKOWSKI, P.; SERNA, P.; TULLIANI, J.; VUCETIC, S.; WANG, J.; JONKERS, H. M. A Review of Self-Healing Concrete for Damage Management of Structures. **Advanced Materials Interfaces**, p. 1800074, 2018.

DIAZ, E. E. S.; BARRIOS, V. A. E. Development and use of geopolymers for energy conversion: An overview. **Construction and Building Materials**, v. 315, 2022.

DOBROVOLSKI, M. E. G.; MUNHOZ, G. S.; PEREIRA, E.; MEDEIROS-JUNIOR, R. A. Effect of crystalline admixture and polypropylene microfiber on the internal sulfate attack in Portland cement composites due to pyrite oxidation. **Construction and Building Materials**, v. 308, 2021.

DORR, G.; GASPERI, J.; SATTLER, N. S.; MARTINEZ, E. D. R. **Mini-slump: aplicação de ensaio tradicional para avaliação da trabalhabilidade em estado fresco de geopolímeros à base de metacaulim**. 9º Fórum Internacional Ecoinovar, 2020.

DUXSON, P.; PROVIS, J.L.; LUKEY, G.C.; MALLICOAT, S.W.; KRIVEN, W.M.; VAN DEVENTER, J.S.J. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**. v. 269, n. 1-3, p. 47-58, 2005.

DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. J. The role of inorganic polymer technology in the development of 'green concrete'. **Cement and Concrete Research**, v. 37, pp. 1590–1597, 2007.

EDVARDBSEN, C. K. Water permeability and self-healing of through cracks in concrete. **Deutscher Ausschuss für Stahlbeton**, n. 455, 1996.

ELYAMANY, E. H.; ELMOATY, M.; ELSHABOURY, M. Ahmed. Magnesium sulfate resistance of geopolymer mortar. **Construction and Building Materials**, v. 184, p. 111-127, 2018.

ETSE, J.G.; CAGGIANO, A.; VRECH, S.M. Continuum and discrete approaches for failure analysis of fiber-reinforced concrete. *Mecánica Computacional*, v XXIX, p. 5-19, 2010.

EUROPEAN NORM. **EN 14651**. Test method for metallic fiber concrete — Measuring the flexural tensile strength (limit of proportionality (LOP), residual, 2005.

FAROOQ, F.; XIN, J.; JAVED, M. F.; AKBAR, A.; SHAH, M. I.; ASLAM, F.; ALYOUSEF, R. Geopolymer concrete as sustainable material: A state of the art review. **Construction and Building Materials**, v. 306, 2021.

GARCES, J.I.T.; DOLLENTE, I.J.; BELTRAN, A.B.; TAN, R.R.; PROMENTILLA, M.A.B. Life cycle assessment of self-healing geopolymer concrete. **Cleaner Engineering and Technology**, v. 4, 2021.

GARCÍA-LODEIRO, I., PALOMO, A., FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A., MACPHEE, D. E. Compatibility studies between NASH and CASH gels. Study in the ternary diagram  $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ . **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 9, 2011.

GARCÍA-LODEIRO, I.; MALTSEVA, O; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Hybrid alkaline cements. Part I: Fundamentals. **Romanian journal of materials**, 2012.

GNNAROS, P.; KANELLOPOULOS, A.; AL-TABBAA, A. Sealing of cracks in cement using microencapsulated sodium silicate. **Smart Materials and Structures**, v. 25, n. 8, p. 084005, 2016.

GRANIZO, M.L., **Activación Alcalina de Metacaolin: Desarrollo de Nuevos Materiales Cementante**. Tese de Doutoramento, Universidad Autónoma de Madrid, Espanha, 1998.

GRANIZO, N.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Effect of temperature and alkaline concentration on metakaolin leaching kinetics. **Ceramics International**, v. 40, p. 8975-8985, 2014.

GRIÑO JR, A. A., SORIANO, H. S. P., PROMENTILLA, M. A. B., ONGPENG, J. M. C. Exploring the Potential of Polypropylene Fibers and Bacterial Co-Culture in Repairing and Strengthening Geopolymer-Based Construction Materials. **Buildings**, v. 13, n. 10, 2023.

GUO, X.; YANG, J. Intrinsic properties and micro-crack characteristics of ultra-high toughness fly ash/steel slag based geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 230, 2020.

GUPTA, R.K.; MAJUMDAR, D.; TRIVED, J.V.; BHANARKAR, A.D. Particulate matter and elemental emissions from a cement kiln. **Fuel Processing Technology**, v. 104, p.343-351, 2012.

HATTAF, R.; ABOULAYT, A.; SAMDI, A.; LAHLOU, N.; TOUHAMI, M. O.; GOMINA, M.; MOUSSA, R. Metakaolin and Fly Ash-based Matrices for Geopolymer Materials: Setting Kinetics and Compressive Strength. **Silicon**, 2021.

HASSAN, A.; ARIF, M.; SHARIQ, M. Use of geopolymer concrete for a cleaner and sustainable environment—A review of mechanical properties and microstructure. **Journal of cleaner production**, v. 223, 2019.

HE, P.; JIA, L.; MA, G.; WANG, R.; YUAN, J.; DUAN, X.; YANG, Z.; JIA, D. Effects of fiber contents on the mechanical and microwave absorbent properties of carbon fiber felt reinforced geopolymer composites. **Ceramics International**. v. 44, n. 9, p. 10726-10734, 2018.

HERMAWAN, H.; WIKTOR, V.; GRUYAERT, E.; SERNA, P. Experimental investigation on the bond behaviour of steel reinforcement in self-healing concrete. **Construction and Building Materials**, v. 383, 2023.

HOSSAIN, S. S.; ROY, P. K.; BAE, C. Utilization of waste rice husk ash for sustainable geopolymer: A review. **Construction and Building Materials**, v. 310, 2021.

HUANG, H.; YE, G.; QIAN, C.; SCHLANGEN, E. Self-healing in cementitious materials: Materials, methods and service conditions. **Materials and Design**, v. 92, p. 499-511, 2016.

IRWIN G.R., Analysis of stresses and strains near the end of a crack transversing a plate, **Journal of Applied Mechanics**, v.24, p.361-370, 1957.

IZQUIERDO, M., QUEROL, X., PHILLIPART, C., ANTENUCCI, D., TOWLER, M. The role of open and closed curing conditions on the leaching properties of fly ash-slag-based geopolymers. **Journal of hazardous materials**, v. 176, n. 1-3, 2010.

JINDAL, B. B.; ALOMAYRI, T.; HASAN, A; KAZE, C. R. Geopolymer concrete with metakaolin for sustainability: a comprehensive review on raw material's properties, synthesis, performance, and potential application. **Environmental Science and Pollution Research**, 2022.

JUENGER, M. G. C.; WINNEFELD, F.; PROVIS, J. L.; IDEKER, J. H. Advances in alternative cementitious binders. **Cement and Concrete Research**, v. 41, pp. 1232–1243, 2011.

KAN, L. L.; LV, J. W.; DUAN, B. B.; WU, M. Self-healing of Engineered Geopolymer Composites prepared by fly ash and metakaolin. **Cement and Concrete Research**, v. 125, 2019.

KATSIKI, A.; HERTEL, T.; TYSMANS, T.; PONTIKES, Y.; RAHIER, H. Metakaolinite Phosphate Cementitious Matrix: Inorganic Polymer Obtained by Acidic Activation. **Materials**, v. 12, n. 3, 2019.

KEANE, P. F., JACOB, R., BELUSKO, M., BRUNO, F. Self-Healing Glass/Metakaolin-Based Geopolymer Composite Exposed to Molten Sodium Chloride and Potassium Chloride. **Applied Sciences**, v. 13, n. 4, 2023.

KHALID, H.R.; LEE, N.K.; PARK, S.M.; ABBAS, N.; LEE, H.K. Synthesis of geopolymer supported zeolites via robust one-step method and their adsorption potential. **Journal of Hazardous Materials**, v. 353, p. 522-533, 2018.

KHALIFA, A. Z., CIZER, Ö., PONTIKES, Y., HEATH, A., PATUREAU, P., BERNAL, S. A., MARSH, A. T. Advances in alkali-activation of clay minerals. **Cement and Concrete Research**, v. 132, 2020.

KRISHNA, R. S.; MISHRA, J., ZRIBI, M., ADENIYI, F.; SAHA, S.; BAKLOUTI, S., SHAIK, U. A. S.; GÖKÇEG, H. S. A review on developments of environmentally friendly geopolymer technology. **Materialia**, v. 20, 2021.

LAHMANN, D.; KESSLER, S. Reactive transport modelling of autogenous self-healing in cracked concrete. **Cement and Concrete Research**, vol .187, 2025

LAHOTI, M.; NARANG, P.; THAN, K. H.; YANG, E. Mix design factors and strength prediction of metakaolin-based geopolymer. **Ceramics International**, v. 43, p.11433-11441, 2017.

LAUCH, K. S.; DESMETTRE, C.; CHARRON, J. P. Self-healing of concrete containing different admixtures under laboratory and long-term real outdoor expositions based on water permeability test. **Construction and Building Materials**, v. 324, 2022.

LE-PING, L.; XUE-MIN, C.; SHU-HENG, Q.; JUN-LI, Y.; LIN, Z. Preparation of phosphoric acid-based porous geopolymers. **Applied Clay Science**, v. 50, p. 600-603, 2010.

LIVI, C. N.; REPETTE, W. L. Effect of NaOH concentration and curing regime on geopolymer. **IBRACON Structure and Materials Journal**, v. 10, p. 1174-1181, 2017.

LOPES, F.; SANTOS, D. O Potencial Poluidor da Indústria Cimenteira. **15º Congresso Nacional do Meio Ambiente**, Poços de Caldas, 2018.

LUHAR, S.; LUHAR, I.; SHAIKH, F. U. A. Review on performance evaluation of autonomous healing of geopolymer composites. **Infrastructures**, v, 6, p. 94, 2021.

MA, B.; LUO, Y.; ZHOU, L.; SHAO, Z.; LIANG, R.; FU, J.; WANG, J.; ZHANG, J.; HU, Y.; WANG, L.; The influence of calcium hydroxide on the performance of MK-based geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 329, 2022.

MARVILA, M.T.; AZEVEDO, A.R.G.; VIEIRA, C.M.F. Reaction mechanisms of alkali activated materials. **Structures and Materials Journal**, IBRACON, v. 14, 2020.

MEDINA, J.A.H. **Avaliação de Previsões de Fratura Elastoplástica**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, PUC-Rio, 2014.

MIJARSH, M. J. A.; MEGAT JOHARI, M. A. M.; AHMAD, Z. A. Compressive strength of treated palm oil fuel ash based geopolymer mortar containing calcium hydroxide, aluminum hydroxide and silica fume as mineral additives. **Cement and Concrete Composites**, v. 60, p. 65-81, 2015.

MO, B. H.; HE, Z.; CUI, X. M.; HE, Y.; GONG, S. Y. Effect of curing temperature on geopolymerization of metakaolin-based geopolymers. **Applied Clay Science**, v. 99, p. 144-148, 2014.

MOREIRA, M. M. **Efeito do aditivo redutor de permeabilidade em concretos com diferentes tipos de cimento Portland – contribuição aos processos de autocicatrização**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil, Universidade de Brasília, 2016.

MURTA, F. **Produção de Argamassas a partir da Ativação Alcalina de Metacaulim e de Resíduo de Tijolo Moído por Cales Virgem e Hidratada**. Dissertação (Mestrado), Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2008.

NAWAZ, M.; HEITOR, A.; SIVAKUMAR, M. Geopolymers in construction – recent developments. **Construction and Building Materials**, v. 260, 2020.

NODEHI, Mehrab; *et al.* **The effect of curing regimes on physico-mechanical, microstructural and durability properties of alkali-activated materials: A review**. *Construction and Building Materials*, p. 1-23, 2022.

OHNO, M.; KIM, T.; LI, V. C. Self-healing Capacity of Strain-Hardening Fiber Reinforced Geopolymer Composites. In: **fib Symposium on Concrete Structures for Resilient Societies**. 2020.

OLIVEIRA, T. A. **Autocicatrização autônoma de concretos com adição de nanorreservatórios de sílica e LDHs de nitrito sujeitos à ação de íons cloreto ou sulfato**. Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Paraná, 2019.

OLIVEIRA, T. A.; TAVARES, S. F.; MEDEIROS JUNIOR, R. A. Comparação de emissões de CO<sub>2</sub> e da energia consumida na produção de traços de concreto: convencional vs geopolimérico. **64 Congresso Brasileiro do Concreto**, 2023.

OLIVEIRA, A. S.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R.; OLIVEIRA, L. F. C.; GOMES, O. F. M. Microstructural characterization of self-healing products in cementitious systems containing crystalline admixture in the short and long-term. **Cement and Concrete Composites**, v. 126, 2022.

OLIVIA, M.; NIKRAZ, H.; Properties of fly ash geopolymer concrete designed by Taguchi method. **Materials & Design**, v. 36, p. 191-198, 2012.

OZEN, M. Y., FIRDOUS, R., LEHMANN, C., STEPHAN, D. Effects of Curing Conditions on the Self-Healing of Geopolymer Paste. In **MATEC Web of Conferences**, EDP Sciences, v. 378, 2023.

PALOMO, A.; MONTEIRO, P.; MARTAUZ, P.; BILEK, V.; FERNANDEZ-JIMENEZ, A. Hybrid binders: a journey from the past to a sustainable future (opus caementicium futurum). **Cement Concrete Research**, v. 124, 2019.

PARK, S.; POUR-GHAZ, M. What is the role of water in the geopolymerization of metakaolin? **Construction and Building Materials**, v. 182, p. 360-370, 2018.

PELISSER, F.; GUERRINO, E.L.; MENGER, M.; MICHEL M.D.; LABRINCHA, J.A. Micromechanical characterization of metakaolin-based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 49, pp. 547-553, 2013.

PINTO, A. T. **Introdução ao Estudo dos Geopolímeros**. Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro - Vila Real, 2006.

PINTO, S. **Durabilidade de Compósitos com Cimento Supersulfatado e de Cimento Portland: Ataque por Sulfatos, Carbonatação e Penetração de Cloretos**. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2019.

POLAT, B. Y.; UYSAL, M. Bacterial crack healing in metakaolin based geopolymer mortars. **Journal of Building Engineering**, v. 39, 2021.

PROVIS, J. L.; BERNAL, S. A. **Alkali Activated Materials**, RILEM State-of-the-Art Reports, vol 13. Springer, Dordrecht, 2014.

PU, S.; ZHU, Z.; SONG, W.; HUO, W.; ZHANG, C. A eco-friendly acid fly ash geopolymer with a higher strength. **Construction and Building Materials**, v. 335, 2022.

RAJCAKOWSKA, M.; HABERMEHL-CWIRZEN, K.; HEDLUND, H.; CWIRZEN, A. Self-Healing Potential of Geopolymer Concrete. **Multidisciplinary Digital Publishing Institute Proceedings**, v. 34, n. 1, 2019.

RAMOS, G.A.; PELISSER, F.; GLEIZE, P.J.P.; BERNARDIN, A.M.; MICHEL, M.D. Effect of porcelain tile polishing residue on geopolymer cemen. **Journal of Cleaner Production**, v. 191, p. 297-303, 2018.

RIAHI, S.; NEMATI, A.; KHODABANDEH, A. R.; BAGHSHAHI, S. The effect of mixing molar ratios and sand particles on microstructure and mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. **Materials Chemistry and Physics**, v. 240, 2020.

RIBEIRO, D. B. **Influência da adição de cálcio nas propriedades de pastas geopoliméricas destinadas à cimentação de poços de petróleo**. Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2012.

RIBEIRO, D. V.; SALES, A.; TUTIKIAN, B. F.; SOUZA, C. A. C.; ALMEIDA, F. C. R.; CUNHA, M. P. T.; LOURENÇO, M. Z.; CASCUDO, O.; HELENE, P. **Corrosão e degradação em estruturas de concreto: Teoria, controle e técnicas de análises e intervenções**. 2 ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2018.

RILEM 221 - SHC. **Self-Healing Phenomena in Cement-Based Materials: state of the art report technical committee 221-SHC**. London, 2013.

ROIG-FLORES, M.; MOSCATO, S.; SERNA, P.; FERRARA, L. Self-healing capability of concrete with crystalline admixtures in different environments. **Construction and Building Materials**, v. 86, p. 1-11, 2015.

ROIG-FLORES, M.; PIRRITANO, F.; SERNA, P.; FERRARA, L. Effect of crystalline admixtures on the self-healing capability of early-age concrete studied by means of permeability and crack closing tests. **Construction and Building Materials**, v. 114, p. 447-457, 2016.

ROSS, J. H., GENEDY, M., JUENGER, M. C., VAN OORT, E. Permeability recovery by self-healing of class F fly ash-based geopolymers. **Cement**, v. 10, 2022.

ROSSI, A., SIMÃO, L., RIBEIRO, M. J., HOTZA, D., MOREIRA, R. F. P. M. Study of cure conditions effect on the properties of wood biomass fly ash geopolymers. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 4, 2020.

ROZEK, P.; KROL, M.; MOZGAWA, W. Geopolymer-zeolite composites: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 230, p. 557-559, 2019.

SARAVANAN, M. M.; SIVARAJA, M. Mechanical behavior of concrete modified by replacement of cement by rice husk ash. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 59, 2017.

SATHONSAOWPHAK, A., CHINDAPRASIRT, P., PIMRASKA, K. Workability and strength of lignite bottom ash geopolymer mortar. **Journal of Hazardous Materials**, v. 168, p. 44–50, 2009.

SCHWAAB, S. **Efeito de cinzas volantes, escória de alto forno e ativadores nas propriedades de cimentos geopoliméricos**. Tese (Doutorado), Programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2019.

SEGURA-CASTILLO, L.; MONTE, R.; FIGUEIREDO, A. D. **Ensayo "Montevideo": un nuevo ensayo, simple y económico para la caracterización del hormigón reforzado con fibras**. 59° Congresso Brasileiro do Concreto – IBRACON, 2017.

SEGURA-CASTILLO, L.; MONTE, R.; FIGUEIREDO, A. D. Characterization of the tensile constitutive behavior of fiber-reinforced concrete: A new configuration for the Wedge Splitting Test. **Construction and Building Materials**. V. 192, p. 731-741, 2018.

SEVERO, C. G. S, COSTA, D. L, BEZERRA, I. M. T, MENEZES, R. R, NEVES, G. A. Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos** V.8, p. 55 – 67 2013.

SHEHATA, N.; SAYED, E. T.; ABDELKAREEM, M. A. Recent progress in environmentally friendly geopolymers: A review. **Science of The Total Environment**, v. 762, 2021.

SHIN, S.; GOH, G.; LEE, C. Predictions of compressive strength of GPC blended with GGBFS developed at varying temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 206, 2019.

SINGH, N.B.; MIDDENDORF, B. Geopolymers as an alternative to Portland cement: An overview. **Construction and Building Materials**, v. 237, 2020.

SISOMPHON, K.; COPUROGLU, O.; KOENDERS, E.A.B. Self-healing of surface cracks in mortars with expansive additive and crystalline additive. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, p. 566-574, 2012.

TANYILDIZI, H., ZIADA, M., UYSAL, M., GÜNGÖR, N. D., COŞKUN, A. Comparison of bacteria-based self-healing methods in metakaolin geopolymer mortars. **Case Studies in Construction Materials**, v. 16, 2022.

TRINCAL, V. et al. Shrinkage mitigation of metakaolin-based geopolymer activated by sodium silicate solution. **Cement and Concrete Research**, v. 162, p. 106993, 2022.

ULUGÖL, H., GÜNAL, M. F., YAMAN, İ. Ö., YILDIRIM, G., ŞAHMARAN, M. Effects of self-healing on the microstructure, transport, and electrical properties of 100% construction-and demolition-waste-based geopolymer composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 121, 2021.

VALENGA, M. V. **Compósitos geopoliméricos obtidos pela ativação alcalina de metacaulim e aluminossilicatos de minerais suscetíveis a reações do tipo álcali-agregado**. Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2023.

VAN DEVENTER, J. S. J. et al. Chemical Research and Climate Change as Drivers in the Commercial Adoption of Alkali Activated Materials. **Waste and Biomass Valorization**, v. 1, n. 1, p. 145–155, 2010.

WANG, H.W.; ZHOU, H.W.; GUI, L.L.; JI, H.W.; ZHANG, X.C. Analysis of effect of fiber orientation on Young's modulus for unidirectional fiber reinforced geopolymer. **Cement and Concrete Composites**, Part B: Engineering. v.56, p. 733-739, 2014.

WANG, X.; FANG, C.; LI, D.; HAN, N.; XING, F. A self-healing cementitious composite with mineral admixtures and built-in carbonate. **Cement and Concrete Composites**, v. 92, p. 216-229, 2018.

WANG, X. F.; YANG, Z. H.; FANG, C.; HAN, N. X.; ZHU, G. M.; TANG, J. N.; XING, F. Evaluation of the mechanical performance recovery of self-healing cementitious materials – its methods and future development: A review. **Construction and Building Materials**, v. 212, p. 400-421, 2019a.

WANG, Y.; LIU, Q.; LI, J.; LING, L.; ZHANG, G.; SUN, R.; WONG, C. UV-triggered self-healing polyurethane with enhanced stretchability and elasticity. **Polymer**, v. 172, p. 187-195, 2019b.

WANG, H.; WU, H.; XING, Z.; WANG, R.; DAI, S. The Effect of Various Si/Al, Na/Al Molar Ratios and Free Water on Micromorphology and Macro-Strength of Metakaolin-Based Geopolymer. **Materials**, v. 14, n. 14, p. 3845, 2021.

WILLIAMS M.L. On the stress distribution at the base of a stationary crack, **Journal of Applied Mechanics** v.24, p.109-114, 1957.

YANG, H.; CHO, S.; YONGHO, E.; PARK, S.; HWANG, S.Y.; JEON, H.; OH, D.; PARK, J.; Preparation of Self-Healable and Spinnable Hydrogel by Dynamic Boronate Ester Bond from Hyperbranched Polyglycerol and Boronic Acid-Containing Polymer. **Macromol. Res.** 29, p. 140–148, 2021.

YANG, J.; TANG, Y.; HE, X.; SU, Y.; ZENG, J.; MA, M.; ZENG, L.; ZHANG, S.; TAN, H.; STRNADEL, B. An efficient approach for sustainable fly ash geopolymer by coupled activation of wet-milling mechanical force and calcium hydroxide, **Journal of Cleaner Production**, v. 372, 2022.

YIP, C. K.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. J. The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation. **Cement and Concrete Research**, v. 35, p. 1688-1697, 2005.

WU, B.; MA, X.; DENG, H.; LI, Y.; XIANG, Y.; ZHU, Y. An efficient approach for mitigation of efflorescence in fly ash-based geopolymer mortars under high-low humidity cycles. **Construction and Building Materials**, v. 317, 2022.

ZHANG, Z.; QIAN, S; MA, H. Investigating mechanical properties and self-healing behavior of micro-cracked ECC with different volume of fly ash. *Construction and Building Materials*, v. 52, p. 17-23, 2014.

ZHANG, Z.; WANG, H.; PROVIS, J.; BULLEN, F.; REID, A.; ZHU, Y. Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers. Part 1. The activation of metakaolin with sodium hydroxide. **Termochimica Acta**, v. 539, p. 23-33, 2012.

ZHANG, Z.; WANG, H.; PROVIS, J.; BULLEN, F.; REID, A. Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers. Part 2. Thermodynamics of sodium silicate activation of metakaolin. **Thermochemical Acta**, v. 565, p. 163-171, 2013.

ZHANG, Z.; PROVIS, J. L.; MA, X.; REID, A.; WANG, H. Efflorescence and subflorescence induced microstructural and mechanical evolution in fly ash-based geopolymers. **Cement and Concrete Composites**, v. 92, p. 165-177, 2018.