



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA  
E ENGENHARIA DE MATERIAIS



ALEX DA SILVA MODESTO

**ESTUDO DE ROTAS TECNOLÓGICAS PARA A SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS COM  
ADIÇÃO DE MICROPARTÍCULAS DE VIDRO: ANÁLISE DA INFLUÊNCIA  
DO TAMANHO E FORMA DAS PARTÍCULAS**

ANANINDEUA  
2025

ALEX DA SILVA MODESTO

**ESTUDO DE ROTAS TECNOLÓGICAS PARA A SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS  
COM ADIÇÃO DE MICROPARTÍCULAS DE VIDRO: ANÁLISE DA INFLUÊNCIA  
DO TAMANHO E FORMA DAS PARTÍCULAS**

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), do *Campus* Universitário de Ananindeua (CANAN), da Universidade Federal do Pará (UFPA), como parte dos requisitos para a obtenção do título de mestre(a) em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(a): Alisson Clay Rios da Silva

Área de concentração: Caracterização, Desenvolvimento e Aplicação de Materiais.

Linha de pesquisa: Tecnologia dos Materiais

ANANINDEUA

2025



ALEX DA SILVA MODESTO

**ESTUDO DE ROTAS TECNOLÓGICAS PARA A SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS  
COM ADIÇÃO DE MICROPARTÍCULAS DE VIDRO: ANÁLISE DA INFLUÊNCIA  
DO TAMANHO E FORMA DAS PARTÍCULAS**

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), do *Campus* Universitário de Ananindeua (CANAN), da Universidade Federal do Pará (UFPA), como parte dos requisitos para a obtenção do título de mestre(a) em Ciência e Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Caracterização, desenvolvimento e aplicação de materiais  
Linha de pesquisa: Tecnologia dos materiais

Data de aprovação: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_.

Banca examinadora

---

Prof.(a) Dr. Alisson Clay Rios da Silva  
Orientador(a) – (PPGCEM/UFPA)

---

Prof.(a) Dr. Marcos Allan Leite dos Reis  
Examinador(a) interno(a) – (PPGCEM/UFPA)

---

Prof.(a) Dr. Carlos Alberto Martins Ferreira  
Examinador(a) externo(a) – (PPGCTM/UERJ)

Ao Grande Mistério.

Aos meus filhos, Bernardo e Inácio.

À minha mãe, Lucidalva.

À minha irmã, Ana Paula.

meu mais sincero agradecimento.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Grande Mistério que denominamos Deus, cuja presença, de forma surpreendente, me encheu de esperança e determinação nos momentos mais difíceis, permitindo que eu mantivesse o foco e concluísse este mestrado.

Aos meus filhos, Bernardo e Inácio, cuja existência me inspira, diariamente, a ser um pai, amigo e referência melhor. Desde o instante em que os segurei no colo, compreendi um pouco do significado do amor incondicional. Tudo em vocês me impulsiona a superar meus limites, para que possam alcançar horizontes ainda mais amplos. Amo vocês, meus garotos!

À minha mãe, minha inspiração, que sempre me motivou a alcançar meus objetivos e nunca mediou esforços, sejam sentimentais ou materiais, para me proporcionar tudo o que foi necessário para chegar até aqui. Te amo, minha rainha!

À minha irmã, pelo apoio, incentivo e companhia nos momentos de ansiedade, sou profundamente grato.

Ao meu orientador, professor Dr. Alisson Clay Rios da Silva, um profissional exemplar, comprometido com o avanço da ciência na Amazônia. Sua postura inspira todos que o conhecem. Agradeço pela paciência e pela orientação, que foram fundamentais para o desenvolvimento desta pesquisa.

Agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais (PPGCEM) e à professora Dra. Verônica Scarpini, cuja coordenação é marcada pela excelência e dedicação à pesquisa.

Finalmente, expresso minha gratidão aos colegas que, ao longo do curso, contribuíram de diversas formas para o desenvolvimento desta dissertação.

“Nada na vida deve ser temido, apenas compreendido.  
Agora é hora de compreender mais para temer menos.”  
Marie Curie

## RESUMO

A construção sustentável do futuro requer materiais que consumam menos energia, emitam menos gases de efeito estufa e reutilizem resíduos prejudiciais ao meio ambiente, como o vidro descartado, um dos principais resíduos da cadeia produtiva. Esta pesquisa desenvolveu geopolímeros, polímeros inorgânicos formados pela ativação de aluminossilicatos amorfos em meio alcalino, utilizando metacaulim e escória de alto-forno como precursores e micropartículas de vidro reciclado como aditivo. Foram formuladas composições com teores de vidro variando de 0% a 60%, em faixas granulométricas de  $< 38 \mu\text{m}$ ,  $38\text{-}45 \mu\text{m}$ ,  $45\text{-}75 \mu\text{m}$  e  $75\text{-}180 \mu\text{m}$ , e ativadores alcalinos de hidróxido e silicato de sódio. Ensaio de compressão realizados em corpos de prova cilíndricos, após 7 dias de cura, revelaram que a adição de 40% de vidro com granulometria de  $38\text{-}45 \mu\text{m}$  resultou em um aumento de 80% na resistência à compressão em relação ao material não modificado, atingindo valores superiores a 40 MPa. As análises microestruturais por MEV e EDS confirmaram maior densidade e redução de porosidade na matriz geopolimérica. Ensaio de aderência à tração também indicaram a viabilidade do material como substrato para revestimentos, atendendo às demandas da construção civil. Concluiu-se que os geopolímeros com adição de vidro reciclado combinam alta performance mecânica e sustentabilidade, promovendo economia circular e representando uma alternativa viável ao uso de cimento Portland.

**Palavras-chave:** Geopolímeros; Metacaulim; Vidro; Sustentabilidade; Granulometria.

## ABSTRACT

The sustainable construction of the future requires materials that consume less energy, emit fewer greenhouse gases and reuse waste that is harmful to the environment, such as discarded glass, one of the main waste products in the production chain. This research developed geopolymers, inorganic polymers formed by the activation of amorphous aluminosilicates in an alkaline medium, using metakaolin and blast furnace slag as precursors and recycled glass microparticles as an additive. Compositions were formulated with glass contents ranging from 0% to 60%, in particle size ranges of < 38  $\mu\text{m}$ , 38-45  $\mu\text{m}$ , 45-75  $\mu\text{m}$  and 75-180  $\mu\text{m}$ , and alkaline hydroxide and sodium silicate activators. Compression tests carried out on cylindrical specimens after 7 days of curing revealed that the addition of 40% glass with a grain size of 38-45  $\mu\text{m}$  resulted in an 80% increase in compressive strength compared to the unmodified material, reaching values of over 40 MPa. Microstructural analysis by SEM and EDS confirmed greater density and reduced porosity in the geopolymer matrix. Tensile adhesion tests also indicated the viability of the material as a substrate for coatings, meeting the demands of the construction industry. It is concluded that geopolymers with added recycled glass combine high mechanical performance and sustainability, promoting circular economy and representing a viable alternative to the use of Portland cement.

**Keywords:** Geopolymers; Metakaolin; Glass; Sustainability; Granulometry.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1-Diferentes sistemas geopoliméricos com base na razão Si:Al. ....	25
Figura 2-Mecanismo de equilibração de cargas em geopolímeros. ....	26
Figura 3- Diagrama esquemático mostrando o mecanismo da geopolimerização. ....	28
Figura 4- Aeroporto na Austrália construído com concreto geopolimérico. ....	29
Figura 5-Uso de painéis pré-moldados de geopolímero na construção de um cais no Rio Brisbane em Pinkenba. ....	30
Figura 6-Tetraedro de silício ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ), unidade básica da sílica, representações (a) tridimensional; (b) e (c) bidimensionais. ....	35
Figura 7-Representação bidimensional da estrutura de rede de (a) sílica vítrea e (b) silicato vítreo (R representa um cátion modificador de rede genérico, enquanto BO e NBO representam oxigênio em ponte e oxigênio sem ponte, respectivamente. ....	36
Figura 8- Representação esquemática de unidades estruturais que constroem uma rede de vidro de óxido (R representa um cátion modificador de rede genérico; $\emptyset$ corresponde a átomos de BO). ....	37
Figura 9- Reciclagem de resíduos de vidro para fabricação de concretos cimentícios e geopoliméricos sustentáveis. ....	39
Figura 10- Reações sucessivas de partículas de vidro grossas e finas. ....	41
Figura 11- Resumo das metodologias usada no estudo dos geopolímeros. ....	43
Figura 12-Metacaulim. ....	44
Figura 13-Escória de Alto Forno processada. ....	45
Figura 14-Fonte das micropartículas de vidro para síntese do geopolímero. ....	46
Figura 15-Obtenção do metacaulim. (a) cadinho com caulim; (b) em forno mufla. ....	47
Figura 16-Fluxograma do beneficiamento da escória de alto Forno. ....	48
Figura 17-Representação esquemática do beneficiamento do resíduo de vidro. ....	49
Figura 18-Faixas granulométricas de micropartículas de vidro obtidas. (a) Vidro de garrafas (b) Vidro Borossilicato. ....	49
Figura 19-Processo de preparação da solução ativadora controle. ....	50
Figura 20-Processo de preparação da solução ativadora com micropartículas de vidro. ....	51
Figura 21-Rotas de mistura: Processo de preparação da solução ativadora com micropartículas de vidro. ....	52
Figura 22-Processo de preparação da solução ativadora com micropartículas de vidro. ....	53
Figura 23-Difratômetro de Raios-X. ....	54
Figura 24-Espectrômetro de bancada de Energia Dispersiva (EDX). ....	55

Figura 25-Microscópio Eletrônico de Varredura. ....	56
Figura 26-Sistema para análise de tamanho de partículas por difração a laser. ....	56
Figura 27-Aparato de análise de imagem dinâmica – CAMSIZER. ....	57
Figura 28-Diagrama esquemático do processo de síntese dos geopolímeros. ....	58
Figura 29-Diagrama esquemático do processo de síntese dos geopolímeros com adição de micropartículas de vidro. ....	59
Figura 30-Máquina de Ensaio Universal. ....	59
Figura 31-A: Assentamento das placas cerâmicas. B: Peças metálicas sobre as placas cerâmicas...	60
Figura 32-Ensaio de resistência de aderência à tração.....	61
Figura 33 -Formas de ruptura no ensaio de resistência de aderência a tração para um sistema de revestimento.....	62
Figura 34-Difração de Raios-X do Caulim.....	64
Figura 35-Espectroscopia do Infravermelho do Caulim e Metacaulim.....	65
Figura 36-MEV do Metacaulim.....	66
Figura 37-Difratometria do Metacaulim.....	67
Figura 38-MEV de metacaulim (750 °C por 2 horas) .....	67
Figura 39-Difração de Raios-X da Escória de Alto Forno. ....	68
Figura 40-Espectroscopia do Infravermelho da EAF. ....	69
Figura 41-MEV Escória de Alto Forno. ....	70
Figura 42-MEV do vidro de Borossilicato.....	72
Figura 43-MEV do vidro de Garrafa .....	73
Figura 44- Gráfico de distribuições para diferentes faixas granulométricas. ....	75
Figura 45-Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l).....	75
Figura 46- Estudo de resistência a compressão das pastas geopoliméricas com as variações em percentuais de Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> .....	77
Figura 47- Micrografia do geopolímero com 40% de Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> . Aumento de 100x .....	79
Figura 48-Análise de EDS para o geopolímero padrão. ....	79
Figura 49-Valores de resistência à compressão dos corpos de prova.....	81
Figura 50-Valores de resistência à compressão dos corpos de prova.....	82
Figura 51-MEV e com micropartículas de vidro de faixa granulométrica 38-45 µm. ....	83
Figura 52-Análise de EDS para o geopolímero com micropartículas de vidro de faixa granulométrica 38-45 µm.....	85

Figura 53-A: Imagem de MEV do geopolímero com solução ativadora controle para a qual foi analisada a porosidade. B: Porcentagem da porosidade (“%Area”) delimitada na imagem A, resultando em 1,413%.....	86
Figura 54-Imagem de MEV do geopolímero com faixa granulométrica de 38-45 µm de vidro comum para a qual foi analisada a porosidade. B: Porcentagem da porosidade (“%Area”) delimitada na imagem A, resultando em 0,268%.....	86
Figura 55- Ruptura dos corpos de prova do ensaio de resistência de aderência à tração. ....	89

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Óxidos formadores de rede, intermediários e modificadores .....	36
Tabela 2-Especificações do Silicato de Sódio .....	45
Tabela 3-Especificações do Hidróxido de Sódio .....	46
Tabela 4-Composição química do vidro de garrafa e Borossilicato.....	71
Tabela 5-Rotas de Mistura .....	81
Tabela 6-Dados do ensaio de resistência de aderência à tração.....	88

## LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIATURAS E SIGLAS

### SÍMBOLOS

Al -Alumínio

B -Boro

Ca -Cálcio

CaCO<sub>3</sub> - Calcita

CaO - Óxido de Cálcio

Fe -Ferro

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Magnetita

H<sub>2</sub>O - Água

K -Potássio

K<sup>+</sup> - Ion de Potássio

KOH- Hidróxido de Potássio

M - Metal alcalino ou alcalino-terroso;

Mg -Magnésio

MgO - Óxido de Magnésio

Na -Sódio

Na<sup>+</sup> - Ion de Sódio

Na<sub>2</sub>O - Óxido de Sódio

Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> - Silicato de Sódio

NaOH - Hidróxido de Sódio

O - Oxigênio

OH - Hidroxila

Si - Silício

Si/Al - Razão Silício e Alumínio

SiO<sub>2</sub> - Oxido de Silício

SiO<sub>4</sub> - Silicato

## **ABREVIATURAS**

CP -Cimento Portland

CP's -Corpos de Prova

CCP -Concreto de Cimento Portland

DRX -Difração de Raios-X

EAF -Escória de Alto Forno

FTIR -Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier

MEV -Microscopia Eletrônica de Varredura

PG -Pasta Geopolimérica

RAS -Reação álcali-sílica

## **SIGLAS**

ABNT -Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM -American Society for Testing and Materials

NBR -Normas Brasileiras Regulamentadoras

UFPA -Universidade Federal do Pará

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO .....	21
1.1	Justificativa .....	22
1.2	Objetivos .....	23
1.2.1	Objetivo geral.....	23
1.2.2	Objetivos específicos .....	23
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	24
2.1	Geopolímeros.....	24
2.1.1	Conceito e Aspectos Históricos. ....	24
2.1.2	Geopolimerização .....	26
2.1.2.1	Redução da mobilidade dos metais.....	26
2.1.2.2	Os mecanismos da Geopolimerização .....	27
2.1.3	Estado da Arte.....	29
2.2	Materiais precursores .....	31
2.2.1	Metacaulim .....	31
2.2.2	Escória de Alto-forno.....	32
2.2.3	Solução Ativadora.....	33
2.3	Vidros de silicato .....	34
2.3.1	Conceito e composição .....	34
2.3.2	Reciclagem do Vidro .....	38
2.3.3	Materiais cimentícios confeccionados com resíduos de vidro.....	39
2.3.4	Comportamento físico-químico de micropartículas de vidro em materiais cimentícios e geopoliméricos.....	40
3.	MATERIAIS E MÉTODOS .....	43
3.1	MATERIAIS.....	43
3.1.1	Metacaulim.....	43
3.1.2	Escória de Alto Forno (EAF).....	44

3.1.3 Solução ativadora: Hidróxido de Sódio e Silicato de Sódio .....	45
3.1.4 Micropartículas de Vidro .....	46
3.2 MÉTODOLOGIA EXPERIMENTAL .....	47
3.2.1 Calcinação do Caulim .....	47
3.2.2 Beneficiamento da Escória de Alto Forno. ....	48
3.2.3 Beneficiamento do resíduo de vidro. ....	48
3.2.4 Preparo da Solução Ativadora .....	50
3.2.4.1 Solução ativadora controle.....	50
3.2.4.2 Solução Ativadora com micropartículas de vidro: Variação do teor de vidro.....	51
3.2.4.3 Rotas de misturas para a solução ativadora com micropartículas de vidro .....	51
3.2.4.4 Solução Ativadora com micropartículas de vidro: Variação da faixa granulométrica do vidro.....	53
3.2.5 Caracterização dos materiais precursores .....	54
3.2.5.1 Difractometria de Raios-X (DRX).....	54
3.2.5.2 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	54
3.2.5.3 Fluorescência de raios X (FRX) .....	55
3.2.5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	55
3.2.5.5 Granulometria das micropartículas de vidro.....	56
3.2.5.6 Análise da Esfericidade.....	57
3.2.6 Processo de Síntese dos Geopolímeros .....	57
3.2.6.1 Síntese do geopolímero padrão .....	57
3.2.6.2 Síntese do geopolímero com micropartículas de Vidro.....	58
3.2.7 Avaliação das pastas geopolimérica .....	59
3.2.7.2 Resistência à compressão da pasta geopoliméricas .....	59
3.2.7.3 Determinação da resistência de aderência à tração.....	60
3.2.7.4 Análise de porosidade via software Image J.....	62
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	64

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS PRECURSORES .....	64
4.1.1 Caulim.....	64
4.1.1.1 Análise por difração de raios-X (DRX).....	64
4.1.1.2 Análise por espectroscopia FTIR do Caulim e Metacaulim .....	65
4.1.1.3 Análise morfológica.....	65
4.1.2 Metacaulim .....	66
4.1.2.1 Análise por difração de raios-X (DRX).....	66
4.1.2.2 Análise morfológica.....	67
4.1.3 Escória de Alto Forno .....	68
4.1.3.1 Análise por difração de raios-X (DRX).....	68
4.1.3.2 Análise por espectroscopia FTIR.....	68
4.1.3.3 Análise morfológica.....	69
4.1.4 Micropartículas de vidro .....	70
4.1.4.1 Análise por fluorescência de raios X .....	70
4.1.4.2 Análise morfológica.....	72
4.1.4.3 Distribuição Granulométrica.....	74
4.1.4.4 Análise da Esfericidade.....	75
4.2 AVALIAÇÃO PRELIMINAR DA PASTA GEOPOLIMÉRICA PADRÃO.....	77
4.2.1 Solução ativadora controle: Efeito do teor de Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> na resistência à compressão e microestruturas dos geopolímeros. ....	77
4.2.2 Análise da Microestrutura do Geopolímero Padrão.....	78
4.3 ESTUDOS DA PASTAS GEOPOLIMÉRICAS COM MICROPARTÍCULAS DE VIDRO .....	80
4.3.1 Efeito da porcentagem de micropartículas de vidro .....	80
4.3.2 Efeito da ordem de mistura do pó de vidro na resistência à compressão do geopolímero. ....	81
4.3.3 Efeito das faixas granulométricas das micropartículas de vidro.....	82
4.4 Avaliação da pasta Geopolimérica de maior desempenho.....	85

4.4.1 Análise de porosidade via image J.....	85
4.4.2 Determinação da resistência de aderência à tração.....	88
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	91
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	92
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	93

## 1. INTRODUÇÃO

A busca por alternativas sustentáveis e eficientes na produção de materiais de construção tem sido uma prioridade crescente no cenário contemporâneo. Nesse contexto, o estudo de geopolímeros tem se destacado como uma área de pesquisa promissora, devido às suas propriedades mecânicas excepcionais e ao seu menor impacto ambiental quando comparado a materiais tradicionais, como o cimento Portland.

A estrutura básica dos geopolímeros é composta por ânions  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  e  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ , que estão interligados por átomos de oxigênio (FENG *et al*, 2022). A popularidade dos geopolímeros tem crescido tanto na pesquisa acadêmica quanto na indústria da construção, devido às suas notáveis propriedades. Essas características incluem alta resistência ao fogo (1000–1200 °C), excelentes propriedades mecânicas como resistência à compressão superior a 100 MPa e resistência à flexão de até 25 MPa, além de notável estabilidade dimensional e resistência a ácidos (LAHOTI *et al*, 2019; VERMA *et al*, 2022). No entanto, é importante ressaltar que, apesar de suas vantagens, a síntese desses materiais inorgânicos requer grandes quantidades de ativadores químicos, como silicato de sódio e bases alcalinas, o que pode aumentar consideravelmente os custos em comparação ao cimento Portland (ALHAWAT *et al*, 2022; QIN *et al*, 2023).

Diante desse desafio, há uma necessidade crescente de buscar aditivos químicos sustentáveis que possam reduzir a barreira comercial dos geopolímeros. Uma das possíveis soluções é a utilização de micropartículas de vidro reciclado como aditivo em misturas. O vidro reciclado é amplamente utilizado nessa função, e os benefícios mais significativos foram observados em sua aplicação com partículas de tamanho aproximado de 75  $\mu\text{m}$  (SIDDIKA *et al*, 2021). Em termos gerais, a tendência é empregar vidro reciclado com partículas de menor granulometria, atuando tanto como pozolana quanto como agregado fino na produção de concreto (KILIÇOGLU *et al*, 2017).

Apesar dessas possibilidades, ainda existe uma lacuna significativa nas pesquisas relacionadas à aplicação de vidro reciclado em argamassas geopoliméricas, especialmente como aditivo na solução ativadora. Portanto, no presente estudo, resíduos de vidro com diferentes diâmetros de partículas foram utilizados na faixa de 0,1–350  $\mu\text{m}$ , 180–75  $\mu\text{m}$ , 75–45  $\mu\text{m}$ , 45–38  $\mu\text{m}$  e < 38  $\mu\text{m}$  como aditivo na solução ativadora para a síntese de geopolímeros.

## 1.1 Justificativa

Na indústria da construção civil, a produção de cimento é uma das principais fontes de emissão de CO<sub>2</sub>, contribuindo significativamente para a poluição atmosférica e o aquecimento global. A fabricação de cimento convencional é responsável por cerca de 8% das emissões globais de dióxido de carbono, devido ao processo de calcinação do calcário.

A relevância do tema deste trabalho se justifica por explorar a potencialidade dos geopolímeros com adição de pó de vidro reciclado, visando a criação de argamassas inovadoras para assentamentos. Os geopolímeros são materiais cimentícios que oferecem uma alternativa sustentável ao cimento Portland, além de apresentar elevadas resistências mecânicas e durabilidade. A incorporação de pó de vidro em geopolímeros não apenas reforça essas propriedades, como também promove a reciclagem de resíduos vítreos, um desafio ambiental significativo.

A produção e descarte de vidro apresentam problemas ambientais complexos. O vidro é 100% reciclável e pode ser transformado em pó para ser reutilizado, mas ainda uma grande quantidade é descartada inadequadamente. A utilização do pó de vidro em argamassas geopoliméricas contribui para a redução desse passivo ambiental, ao transformar o resíduo em um recurso valorizado na construção civil.

Ainda, o desenvolvimento de argamassas geopoliméricas com pó de vidro tem o potencial de mitigar os impactos ambientais associados não apenas à produção de cimento, mas também à gestão de resíduos sólidos urbanos. A diminuição da necessidade de extração de matérias-primas tradicionais e a promoção da economia circular são pilares que sustentam esta inovação tecnológica.

Em suma, estudar geopolímeros adicionados de pó de vidro para aplicação em argamassas contribui significativamente para a redução das emissões de CO<sub>2</sub> ligadas à produção de cimento e promove práticas sustentáveis de reutilização de resíduos. Este trabalho se alinha às demandas urgentes de sustentabilidade na indústria da construção civil, com vistas ao cumprimento de metas ambientais globais e o incentivo à inovação sustentável.

## **1.2. Objetivos**

### **1.2.1. Objetivo geral**

Desenvolver rotas tecnológicas eficientes e sustentáveis para a síntese de geopolímeros com adição de micropartículas de vidro, visando seu uso em argamassas para assentamento.

### **1.2.2. Objetivos específicos**

- Analisar diferentes formulações de geopolímeros à base de metacaulim, variando a relação entre os reagentes, como silicato de sódio e hidróxido de sódio e micropartículas de vidro, para otimizar a resistência mecânica.
- Investigar o efeito da adição percentual das micropartículas de vidro na microestrutura do material geopolimérico.
- Investigar o efeito do tamanho da micropartícula de vidro na microestrutura do material geopolimérico.
- Explorar possível aplicação dos geopolímeros sintetizados, na construção civil, como base ou substrato para o assentamento de revestimentos, avaliando seu desempenho em comparação com materiais tradicionais.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Geopolímeros:

#### 2.1.1 Conceito e Aspectos Históricos.

Os geopolímeros são polímeros inorgânicos tridimensionais compostos por tetraedros de  $[AlO_4]$  e  $[SiO_4]$ , formados principalmente a partir de silicatos de alumínio ou resíduos industriais (KAI-TUOWANG et al., 2015). Classificados como polímeros inorgânicos, os geopolímeros exibem uma rede única de estrutura tridimensional de óxido devido à policondensação inorgânica (SHVARZMANA et al., 2003; TEMUJIN et al., 2009). Isso lhes confere diversas características vantajosas, incluindo alta resistência mecânica, resistência à corrosão e a ácidos, capacidade de suportar altas temperaturas, além de eficaz no isolamento de íons metálicos, entre outras (ZHANG et al., 2014).

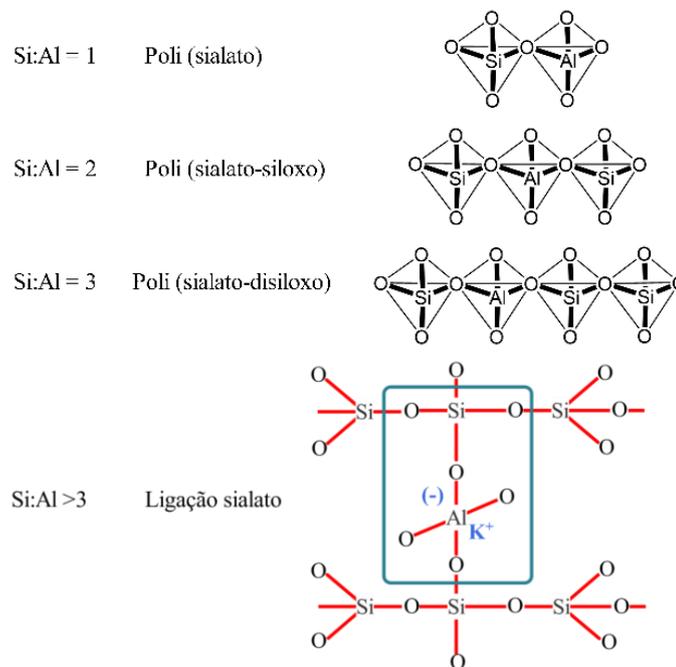
A ideia de materiais semelhantes aos geopolímeros remonta à antiguidade, onde civilizações como os romanos utilizaram cinzas vulcânicas em suas construções. No entanto, o conceito moderno de geopolímeros foi introduzido por Joseph Davidovits na década de 1970. Davidovits propôs que certos polímeros inorgânicos poderiam ser sintetizados a partir de silicatos alcalinos e aluminatos, resultando em materiais com propriedades físicas e químicas superiores aos cimentos convencionais (Davidovits, 1989).

Ao investigar a síntese das zeólitas, Davidovits identificou que a geoquímica dessas formações rochosas ainda não havia sido utilizada para criar polímeros minerais inorgânicos. Baseando-se nessas descobertas, e em algumas pesquisas pré-existentes sobre a reação entre a caulinita e o hidróxido de sódio (NaOH) a temperaturas de 100-150 °C, a qual resulta na policondensação de sodalita hidratada e hidrosodalita, expressa pela reação:  $Si_2O_5 \cdot Al_2(OH)_4 + NaOH \rightarrow Na(-Si-O-Al-O)_n$ , o cientista começou a desenvolver um novo tipo de cimento. Este processo foi inspirado nos métodos de produção de cimentos antigos e na geoquímica e geosíntese de zeólitas naturais (DAVIDOVITS, 2008).

Em 1978, o novo material foi desenvolvido a partir de uma fonte de  $SiO_2$  e  $Al_2O_3$  amorfos, combinados com uma solução alcalina ativadora em formulações previamente estabelecidas. Este material foi denominado "geopolímero" para refletir, como mencionado anteriormente, o prefixo "geo", que indica a semelhança com materiais geológicos, e "polímero", em referência à química dos silicoaluminatos (BUCHWALD et al., 2005). A partir desse conceito, surgiram os polissialatos.

Davidovits (2002) adotou o termo polissialatos como uma nova nomenclatura para os geopolímeros. Os polissialatos, que representam a abreviatura de poli-silício-aluminatos, são materiais de cadeia molecular extensa, compostos por silício, alumínio e oxigênio, apresentando uma estrutura que varia de amorfa a semicristalina. O autor classificou os geopolímeros de acordo com a razão Si/Al das ligações poliméricas (Si-O-Al) formadas a partir de seus precursores, categorizando-os em: poli-sialato (1:1), poli-sialato-siloxo (2:1), poli-sialato-disiloxo (3:1) e, para razões Si/Al superiores a 3, sialato, conforme ilustrado na Figura 1 a seguir:

Figura 1-Diferentes sistemas geopoliméricos com base na razão Si:Al.



Fonte: Adaptado de Davidovits (2002).

Os polissialatos são polímeros que formam cadeias ou anéis, onde os íons  $\text{Si}^{4+}$  e  $\text{Al}^{3+}$  se encontram em coordenações tetraédricas, cada um cercado por quatro oxigênios (DAVIDOVITS, 2002). Os íons positivos como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{NH}_4^+$  e  $\text{H}_3\text{O}^+$  ocupam as cavidades estruturais, equilibrando a carga negativa do  $\text{Al}^{3+}$  em coordenação tetraédrica. A interação entre o aluminossilicato e a solução alcalina desencadeia uma reação, que, após certo tempo, resulta na formação de uma rede de aluminossilicato (BUCHWALD et al., 2005).



### 2.1.2.2 Os mecanismos da Geopolimerização

Para dar início ao processo de geopolimerização, é necessário que os materiais de origem sejam misturados com soluções de silicato de metal alcalino em condições de alta alcalinidade e temperaturas moderadas. Essa interação facilita o endurecimento dos geopolímeros, tornando-os aptos para diversas aplicações na construção civil.

Acredita-se que o processo de geopolimerização ocorra em três estágios: dissolução, policondensação e cristalização, conforme ilustrado na Figura 3 (KALING TAKI et al., 2020; KHALE; CHAUDHARY, 2007; DAVIDOVITS, 1991).

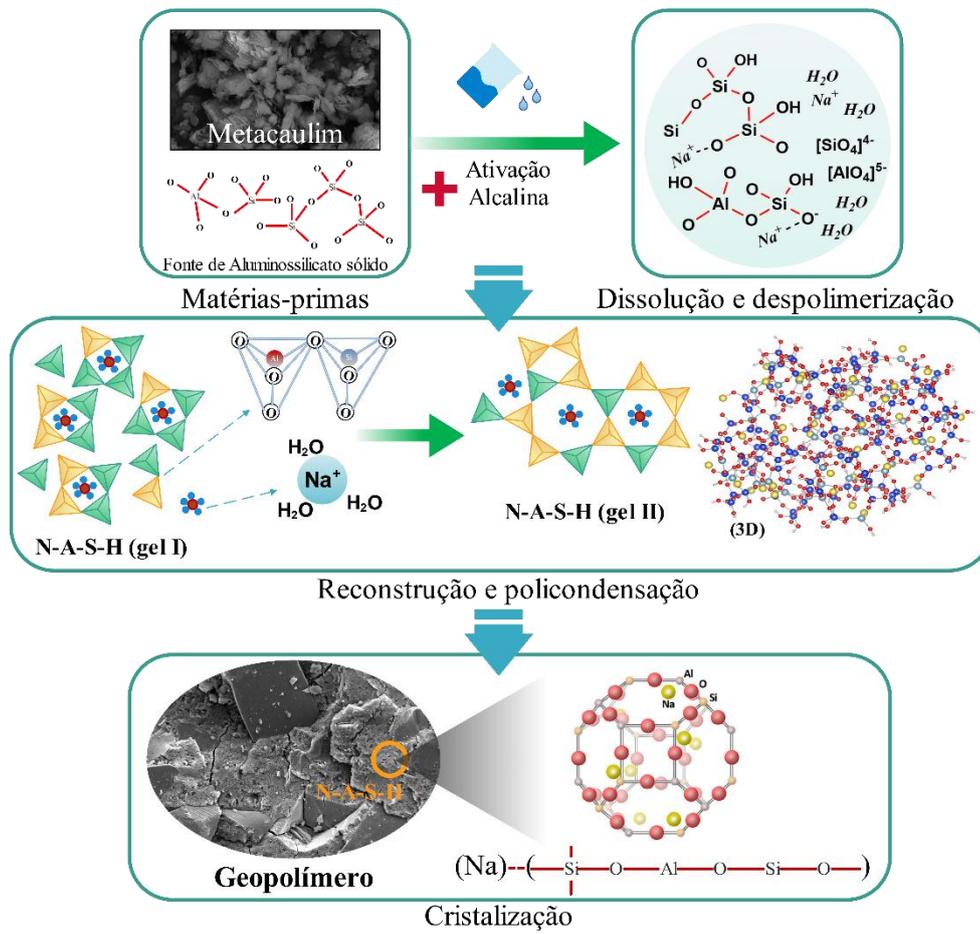
No estágio inicial, conhecido como dissolução ou ativação, os precursores sólidos contendo compostos de aluminossilicato dissolvem-se ao serem expostos a uma solução alcalina, como NaOH. Esse processo libera íons de silício (Si) e alumínio (Al), que se combinam com íons de oxigênio (O), formando monômeros de Si-O e Al-O (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2005; WENG; SAGOE-CRENTSIL, 2007).

No segundo estágio, a policondensação ou gelificação ocorre em duas fases principais. Na Fase I, moléculas de água interagem com as ligações Si-O e Al-O, promovendo a hidrólise e gerando espécies de silicato e aluminato altamente reativas. Esses produtos reagem com o silicato de sódio presente no sistema ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), formando oligômeros de aluminossilicato — pequenas cadeias compostas por silicato e aluminato (PHAIR; VAN DEVENTER, 2002; PANIAS; GIANNOPOULOU; PERRAKI, 2007).

Na Fase II, os oligômeros de aluminossilicato polimerizam-se, formando uma rede tridimensional complexa de cadeias de aluminossilicato (HAJIMOHAMMADI; PROVIS; VAN DEVENTER, 2010). A reticulação das ligações Si-O-Si e Si-O-Al solidifica o material, resultando em um gel amorfo. Essa rede estrutural é essencial para a resistência e durabilidade do geopolímero (DIMAS; GIANNOPOULOU; PANIAS, 2009). No entanto, o mecanismo exato deste estágio ainda não é totalmente compreendido, devido à rapidez das reações químicas envolvidas (ABDULLAH et al., 2011).

No estágio final, conhecido como cristalização ou endurecimento, o geopolímero continua a ganhar resistência à medida que as cadeias poliméricas interagem e se organizam. Esse processo envolve reticulações adicionais das redes Si-O-Si e Si-O-Al, além de rearranjos atômicos, formando uma mescla de estruturas amorfas e semicristalinas. A duração do endurecimento varia de algumas horas a vários dias, dependendo da formulação e das condições de cura aplicadas (HAJIMOHAMMADI et al., 2010; SINGH, 2018).

Figura 3- Diagrama esquemático mostrando o mecanismo da geopolimerização.



Fonte: Adaptado de Long et al., (2024).

### 2.1.3 Estado da Arte

As aplicações dos geopolímeros têm se expandido significativamente. Provis et al. (2015) destacam o papel dos geopolímeros como alternativas ecoeficientes ao cimento Portland na construção civil. Por exemplo, o aeroporto de Wellcamp, que foi construído na Austrália, em 28 de setembro de 2014, através da empresa Wagner EFC utilizando concreto geopolimérico, proporcionando uma redução de 6,6 mil toneladas de emissão do CO<sub>2</sub> (Geopolymer institute, 2014), conforme é visto na Figura 4.

Figura 4- Aeroporto na Austrália construído com concreto geopolimérico.

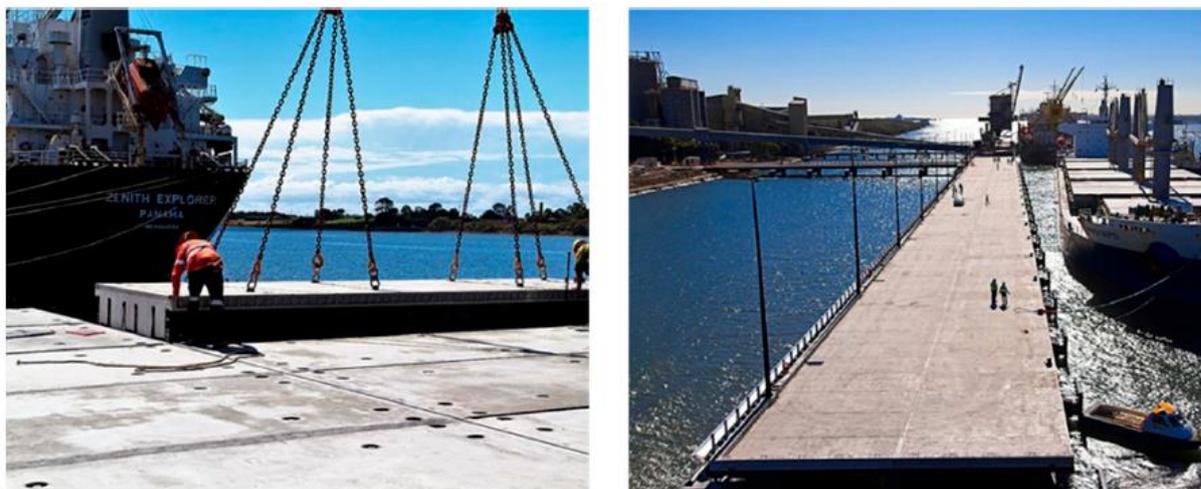


Fonte: Geopolymer Institute, 2024

A tecnologia do geopolímero apresenta potencial para reduzir significativamente as emissões de carbono na construção civil, atualizando o Concreto de Cimento Portland (CCP). Contudo, sua comercialização em larga escala enfrenta barreiras relacionadas às propriedades do material, fatores econômicos e, especialmente, à percepção pública. Para obter acesso fácil, é crucial que os geopolímeros sejam vistos como uma alternativa segura ao CCP, extremamente confiável e utilizado devido à sua segurança estrutural comprovada (Cement Industry Federation, 2021). Técnicas de marketing podem facilitar a acessibilidade dos geopolímeros, destacando suas semelhanças com o concreto tradicional para empresas e o público. Como por exemplo, na Austrália estratégias como renomear produtos de geopolímero para termos como "Ecrete" e "Earth Friendly Concrete" ajudaram a reduzir a resistência social referente ao material (Wagners Earth Friendly Concrete, 2021; The Zeobond Group, 2021). A Figura 5 mostra o uso

de painéis pré-moldados de geopolímero, denominados “Earth Friendly Concrete”, na construção de um cais no Rio Brisbane em Pinkenba, Austrália.

Figura 5-Uso de painéis pré-moldados de geopolímero na construção de um cais no Rio Brisbane em Pinkenba.



Fonte: Wagners Earth Friendly Concrete,2024

O uso de geopolímeros não apenas se destaca em aplicações na construção civil, mas também demonstrou sucesso na remoção eficiente de diversos contaminantes, como metais pesados, corantes, resíduos de medicamentos, produtos farmacêuticos e pesticidas, em várias fontes de água (YOUSSEF *et al.*,2023).

Apesar dos avanços, desafios persistem. Bernal *et al.* (2018) identificaram a necessidade premente de normas padronizadas para geopolímeros. A falta de aceitação no mercado e a necessidade de superar obstáculos técnicos e regulatórios representam desafios significativos.

No entanto, esses desafios também abrem portas para oportunidades. Provis *et al.* (2014) destacam o potencial de inovação em métodos de síntese e formulações mais eficientes, enquanto a crescente conscientização ambiental oferece oportunidades para a adoção mais ampla dos geopolímeros.

As perspectivas futuras para os geopolímeros são promissoras. Fernández-Jiménez *et al.* (2021) enfatizam o papel crucial desses materiais como soluções sustentáveis em consonância com a crescente demanda por alternativas de baixo impacto ambiental. A pesquisa contínua em métodos de síntese, otimização de propriedades e aceitação de mercado é essencial para consolidar os geopolímeros como uma escolha viável e ecológica para o futuro.

## 2.2 Materiais precursores

Os materiais precursores são componentes cruciais na síntese de geopolímeros, pois suas características influenciam diretamente as propriedades finais do material. Diferentes fontes de aluminossilicatos, como cinzas volantes, escórias de alto-forno, metacaulim, resíduos de construção e demolição (RCD), e cinzas de biomassa, são comumente exploradas como precursores. A escolha do precursor não só afeta a reatividade e a eficiência da ativação alcalina, mas também a sustentabilidade e o custo do material final.

Os geopolímeros têm como precursores componentes específicos como metacaulim, escória de alto forno, e uma solução ativadora composta por hidróxido de sódio (NaOH) e silicato de sódio.

### 2.2.1 Metacaulim

Entre os diversos precursores utilizados na produção de geopolímeros, o metacaulim destaca-se por sua alta reatividade e pureza, essenciais para fornecer íons de alumínio que formam a rede tridimensional durante a geopolimerização.

O metacaulim é produzido pela calcinação do caulim, uma argila rica em alumínio. Durante o processo, realizado entre 600 e 800°C, a água quimicamente ligada no caulim ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) é removida, resultando em uma estrutura amorfa altamente reativa conhecida como metacaulim ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ). Esse material possui maior superfície específica e uma estrutura desorganizada, facilitando sua interação com ativadores alcalinos (BAI et al., 2021).

A qualidade do metacaulim depende das condições de calcinação. Temperaturas inadequadas podem reduzir sua reatividade, enquanto temperaturas excessivas favorecem a formação de mullita, uma fase cristalina menos reativa. Estudos recentes buscam otimizar a calcinação, ajustando temperatura e tempo para maximizar a reatividade do material (ZHANG et al., 2021).

A ativação alcalina do metacaulim envolve sua mistura com soluções de hidróxido de sódio (NaOH) e/ou silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), promovendo a dissolução parcial do precursor e a formação de um gel aluminossilicato. Esse gel polimeriza-se para formar a matriz do geopolímero. Fatores como a escolha e concentração dos ativadores e as condições de cura são cruciais para determinar as propriedades finais dos geopolímeros.

Pesquisas têm explorado combinações de ativadores para otimizar as propriedades dos geopolímeros de metacaulim. A mistura de NaOH e  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , por exemplo, tem mostrado excelentes resultados em termos de resistência à compressão e durabilidade (BAI et al., 2021).

Os geopolímeros de metacaulim destacam-se por suas propriedades mecânicas superiores, como alta resistência à compressão, flexão e tração. Além disso, apresentam notável resistência ao fogo e a agentes químicos agressivos, como ácidos e sulfatos, sendo ideais para aplicações em ambientes severos, como indústrias químicas e refinarias.

Outro aspecto relevante é sua sustentabilidade. A produção de geopolímeros de metacaulim emite significativamente menos  $\text{CO}_2$  em comparação ao cimento Portland, reduzindo o impacto ambiental da construção civil. Estudos de ciclo de vida mostram benefícios substanciais, como menor consumo de energia e recursos naturais (DUXSON et al., 2022).

A versatilidade dos geopolímeros de metacaulim permite sua aplicação em áreas como construção de edifícios, infraestrutura, proteção contra incêndio e encapsulação de resíduos perigosos. Pesquisas recentes exploram o uso desses materiais na impressão 3D de estruturas complexas e na criação de materiais de construção avançados com propriedades ajustáveis (ZHANG et al., 2021).

Na construção civil, os geopolímeros podem substituir concretos e argamassas tradicionais, oferecendo desempenho superior e menor impacto ambiental. A encapsulação de resíduos perigosos é outra aplicação promissora, pois os geopolímeros podem imobilizar contaminantes, reduzindo riscos ambientais (LI et al., 2020).

O avanço contínuo na pesquisa e desenvolvimento dos geopolímeros de metacaulim, aliado ao foco crescente na sustentabilidade, promete ampliar suas aplicações. Estudos futuros devem buscar formas de aumentar a reatividade do metacaulim, otimizar processos de síntese e explorar novos usos em setores emergentes (XU et al., 2023).

### **2.2.2 Escória de Alto-forno.**

Entre os diversos precursores utilizados na produção de geopolímeros, a escória de alto-forno (EAF) destaca-se por sua abundância, baixo custo e alta reatividade. A EAF é um subproduto da produção de ferro e aço, sendo composta predominantemente por sílica, cálcio e alumina, elementos essenciais para a formação da matriz geopolimérica. A escória de alto-forno é um subproduto da produção de ferro em altos-fornos, onde o minério de ferro é reduzido para produzir ferro metálico. Durante esse processo, a escória é formada a partir das impurezas do minério de ferro e dos fundentes adicionados, resultando em um material composto principalmente por óxidos de cálcio ( $\text{CaO}$ ), sílica ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e magnésio ( $\text{MgO}$ ) (BAI et

al., 2021). A composição química da escória de alto-forno varia dependendo das matérias-primas e do processo de produção, mas tipicamente apresenta uma alta proporção de cálcio e silício, tornando-a altamente reativa quando ativada alcalinamente.

A escória de alto-forno é valorizada na produção de geopolímeros devido à sua capacidade de formar uma matriz densa e durável. Quando ativada com soluções alcalinas, a EAF reage para formar um gel de silicato de cálcio alumínio hidratado (C-A-S-H), que confere alta resistência mecânica e durabilidade ao geopolímero. Além disso, a escória de alto-forno possui uma natureza vitrificada, que contribui para a estabilidade a longo prazo dos geopolímeros (LI et al., 2020).

A ativação alcalina da escória de alto-forno envolve a reação com soluções alcalinas, como hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) ou hidróxido de potássio (KOH). Este processo resulta na dissolução dos componentes da escória e na formação de uma matriz geopolimérica através da polimerização dos íons dissolvidos. A escolha e a concentração dos ativadores, bem como as condições de cura, são fatores críticos que influenciam as propriedades finais do geopolímero.

Os geopolímeros de escória de alto-forno representam uma alternativa sustentável e de alto desempenho aos materiais de construção tradicionais. A alta reatividade e disponibilidade da EAF, combinadas com a possibilidade de otimização das propriedades dos geopolímeros, tornam este precursor uma escolha ideal para diversas aplicações. A pesquisa contínua e a inovação são essenciais para superar os desafios atuais e explorar todo o potencial dos geopolímeros de EAF, contribuindo para um futuro mais sustentável na construção civil e em outras indústrias.

### **2.2.3 Solução Ativadora**

Soluções alcalinas, predominantemente compostas por NaOH ou KOH, são empregadas para dissolver aluminossilicatos, e a concentração molar crescente está diretamente relacionada ao poder de dissolução (KAMSEU et al., 2017). A escolha entre NaOH e KOH influencia na estrutura geopolimérica, com o uso de KOH resultando em uma matriz mais densa (MING et al., 2016). No entanto, o NaOH é preferencialmente adotado na produção de geopolímeros devido a seu custo inferior e maior disponibilidade. As soluções de hidróxido de sódio tendem a ser mais viscosas e apresentam uma reação mais rápida, podendo resultar em uma estrutura porosa e redução da resistência mecânica (MING et al., 2016).

Soluções de silicatos convencionais de sódio e potássio também são empregados no preparo de soluções ativadoras. Eles são produzidos por meio da calcinação de carbonato em conjunto com uma fonte de sílica (FOLETTTO et al., 2006). Entre eles, o silicato de sódio é mais amplamente adotado devido ao seu custo relativamente baixo e fácil disponibilidade. Composto por  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{H}_2\text{O}$  solúvel em água, a viscosidade do silicato de sódio é diretamente influenciada pelo valor do pH. De acordo com Silva (2011), sua ampla utilização na indústria se deve às propriedades de estabilidade química, viscosidade, capacidade de polimerização e modulação de cargas superficiais. Entretanto, o silicato de potássio demonstra uma taxa de policondensação mais elevada no processo (MING et al., 2016).

Soluções alcalinas que consistem apenas em silicatos solúveis promovem uma taxa de reação mais rápida em comparação com soluções que incluem hidróxidos na produção de geopolímeros (PALOMO et al., 1999). De acordo com Ming et al. (2016), o hidróxido alcalino é empregado no processo de dissolução, enquanto o silicato alcalino atua como ligante, reagente, dispersante ou plastificante. A combinação de silicato de sódio e hidróxido de sódio, conforme indicado por SKAF (2008), resulta na formação de um ligante que contribui para o aumento da resistência à compressão do geopolímero (HWANG e HUYNH, 2015).

## **2.3 Vidros de silicato**

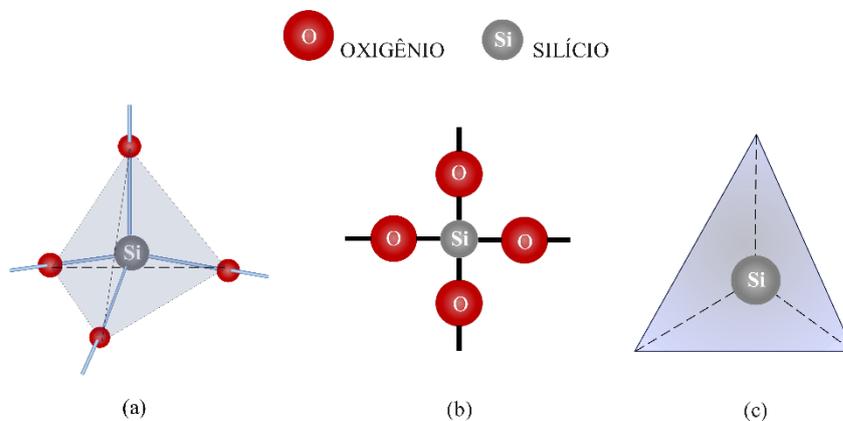
### **2.3.1 Conceito e composição**

A história do vidro se estende por milhões de anos, despertando grande interesse nas áreas científica e tecnológica. Durante muito tempo, esse material foi classificado como um "quarto estado da matéria", até que se reconheceu que sua estrutura é mais semelhante à de um líquido. Vidro é um material sólido não cristalino que resulta do resfriamento rápido de uma substância fundida, levando a uma estrutura amorfa. Ele é caracterizado por ausência de ordem de longo alcance, o que o distingue de sólidos cristalinos. O vidro apresenta propriedades ópticas e mecânicas únicas, sendo amplamente utilizado em diversas aplicações, desde janelas até componentes eletrônicos" (LE BOURHIS, 2013).

O vidro é um material que não apresenta uma estrutura cristalina, sendo principalmente composto por óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), comumente conhecido como sílica. A estrutura fundamental da rede de sílica é formada por tetraedros ( $\text{SiO}_4$ )<sup>4-</sup>, como ilustrado na Figura 6. As ligações entre o silício e o oxigênio dentro do tetraedro possuem características tanto iônicas quanto covalentes. Assim, o íon de silício ( $\text{Si}^{4+}$ ) está ligado de maneira covalente e iônica a quatro átomos de oxigênio.

Devido à elevada carga do íon  $\text{Si}^{4+}$ , é raro que os tetraedros se conectem apenas pelas arestas, sendo ainda mais improvável a união face a face. Os diferentes tipos de silicatos são determinados pela quantidade de vértices que os tetraedros compartilham entre si. Por exemplo, quando, em média, dois e meio vértices são compartilhados, forma-se o mineral tremolita, cujo radical silicato é  $(\text{Si}_4\text{O}_{11})^{6-}$ . Por outro lado, quando três dos quatro átomos de oxigênio são compartilhados, as estruturas resultantes possuem o radical silicato  $(\text{Si}_2\text{O}_5)^{2-}$ , exemplificado na argila caulinita e nas micas (WULFF et al., 1964).

Figura 6-Tetraedro de silício ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ), unidade básica da sílica, representações (a) tridimensional; (b) e (c) bidimensionais.



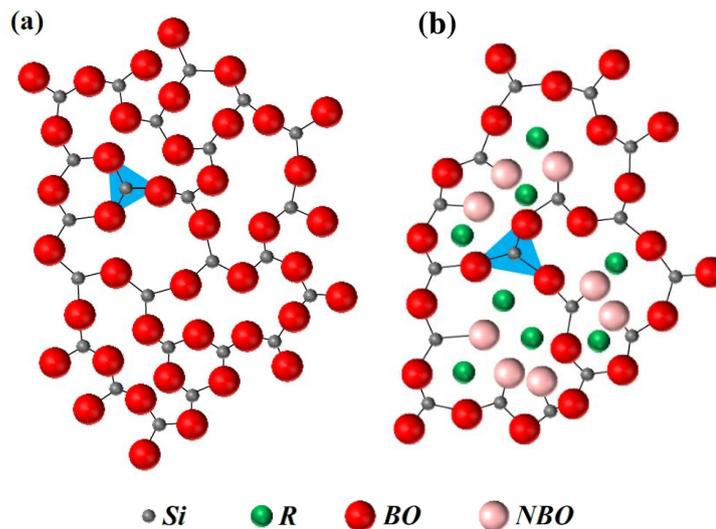
Fonte: Adaptado de Sichieri e Zheng (2007).

Zachariasen et al. (1932), em seu artigo seminal, realizou uma das primeiras análises sobre a estrutura do vidro, introduzindo a teoria da rede aleatória, cuja relevância se mantém até os dias atuais na investigação sobre esse material. Ele argumenta que os átomos em um vidro se conectam por interações semelhantes e vibram em torno de suas posições de equilíbrio. A falta de periodicidade e simetria é identificada como a principal característica estrutural do vidro, o que resulta em propriedades isotrópicas, exceto quando produzidos sob a influência de um campo externo. Além disso, a ausência de simetria implica que a célula unitária do vidro é de tamanho infinito.

Em seu trabalho, o autor apresenta consideráveis detalhes sobre a estrutura do vidro, utilizando exemplos de vidros de óxido. Ao investigar a estrutura da sílica vítrea, observa que a rede vítrea é composta por tetraedros de oxigênio ao redor dos átomos de silício, com cada tetraedro interconectado pelo compartilhamento de vértices, ligando cada átomo de oxigênio a dois de silício. Uma representação bidimensional dessa estrutura é mostrada na Figura 7, onde os tetraedros são ilustrados como triângulos. Ele conclui que uma rede vítrea pode ser formada

apenas por tetraedros ou triângulos de oxigênio, enquanto a presença de octaedros ou cubos de oxigênio geraria estruturas periódicas (ZACHARIASEN, 1932).

Figura 7-Representação bidimensional da estrutura de rede de (a) sílica vítrea e (b) silicato vítreo (R representa um cátion modificador de rede genérico, enquanto BO e NBO representam oxigênio em ponte e oxigênio sem ponte, respectivamente).



Fonte: Adaptado de Fernandes et al., (2018).

A adição de certos elementos, como óxidos alcalinos e alcalino-terrosos, às redes de óxidos vítreos resulta na presença de oxigênios extras que, ao contrário de formar pontes, geram extremidades livres, conforme ilustrado na Figura 7b. Essas extremidades exercem uma funcionalidade estrutural distinta. Assim, dependendo da função estrutural que desempenham, os componentes dos vidros à base de óxido são classificados com formadores de rede, óxidos modificadores ou intermediários como representado na tabela 1 (FERNANDES et al., 2018).

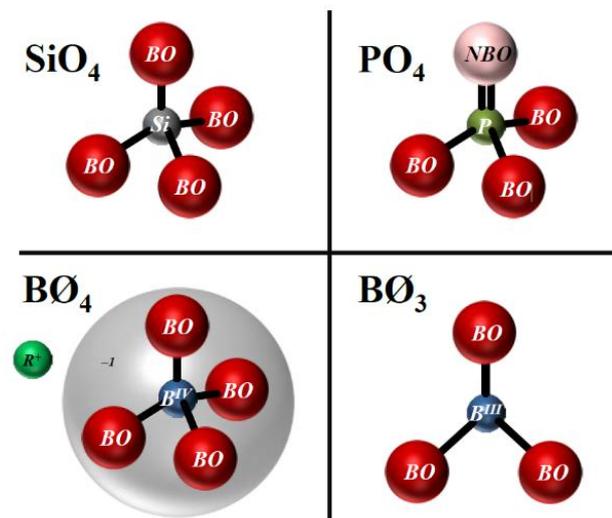
Tabela 1 - Óxidos formadores de rede, intermediários e modificadores

ÓXIDOS FORMADORES DE REDE	ÓXIDOS INTER-MEDIÁRIOS	ÓXIDOS MODIFICADORES
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
SiO <sub>2</sub>	ZnO	MgO
GeO <sub>2</sub>	PbO <sub>2</sub>	CaO
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	PbO

Fonte: Askeland e Phulé (2008).

Os óxidos formadores de rede são responsáveis pela construção da rede de vidro, criando tetraedros e triângulos de oxigênio, conhecidos como unidades de rede ou unidades estruturais. Esses componentes são essenciais para o vidro, pois são capazes de formar estruturas tridimensionais. As unidades de rede interagem entre si por meio do compartilhamento de cantos, formando pontes de oxigênio, que são referidas como oxigênios de ponte (BO), conforme delineado pela teoria de rede aleatória. Exemplos comuns de formadores de rede incluem  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  e  $\text{P}_2\text{O}_5$ , com suas representações esquemáticas disponíveis na Figura 8. Em segundo lugar, os modificadores de rede atuam quebrando a estrutura do vidro e gerando oxigênios terminais, também conhecidos como oxigênios não-ponte (NBO), como ilustrado na Figura 7b. Os óxidos alcalinos e alcalino-terrosos são exemplos típicos desse grupo. Por fim, os óxidos intermediários podem assumir funções tanto de formadores de rede quanto de modificadores de rede, dependendo da composição particular do vidro. Exemplos frequentes de óxidos intermediários incluem  $\text{MgO}$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (FERNANDES et al., 2018).

Figura 8- Representação esquemática de unidades estruturais que constroem uma rede de vidro de óxido (R representa um cátion modificador de rede genérico;  $\emptyset$  corresponde a átomos de BO).



Fonte: Fernandes et al., (2018).

Na fabricação de vidro comum, óxidos monovalentes como  $\text{Na}_2\text{O}$  são incorporados para servir como agentes fundentes, reduzindo significativamente as temperaturas de fusão dos vidros e, conseqüentemente, diminuindo os custos de produção. No entanto, composições binárias de vidros de silicato alcalino apresentam baixa resistência química. Por essa razão, os óxidos de cátions divalentes, como  $\text{CaO}$ , são adicionados para proporcionar estabilidade ao vidro. O vidro utilizado em janelas geralmente é baseado no sistema soda-cal-sílica ( $\text{Na}_2\text{O}$ – $\text{CaO}$ – $\text{SiO}_2$ ).

Entre as diversas formas de classificar os vidros, eles podem ser categorizados conforme seu sistema composicional. Normalmente, isso considera o(s) óxido(s) formador(es) de rede presentes na composição. Assim, os vidros podem conter um único óxido formador de rede, como os vidros de silicato, fosfato e borato, ou composições mais complexas que incluem óxidos formadores de rede mistos, como os vidros de borossilicato, fosfosilicato ou borofosfato (SHELBY, 2005; PFAENDER, 1992; MARCHI, 2016).

### **2.3.2 Reciclagem do Vidro**

O vidro é um dos materiais amplamente utilizados em diversas áreas do cotidiano, incluindo recipientes, janelas, telas, além de instrumentos médicos e eletrônicos. Após um processo específico de triagem e limpeza, os produtos de vidro coletados podem ser fundidos novamente para a fabricação de novos itens de vidro. Entretanto, em virtude da variedade de tipos, cores e contaminações, frequentemente o vidro usado acaba sendo descartado em aterros sanitários ou simplesmente armazenado em locais inadequados. Essa prática ocasiona não apenas o desperdício de recursos valiosos, mas também gera poluição ambiental. Estudos indicam que, globalmente, de 60% a 70% do vidro descartado acaba em aterros sanitários anualmente e, em alguns países, a taxa de reciclagem permanece abaixo de 50% (WENKUI DONG et al., 2021). A reciclagem de vidro é uma prática essencial para a sustentabilidade ambiental, contribuindo para a redução do desperdício de recursos naturais e minimizando o impacto ambiental associado à geração de resíduos. Globalmente, a taxa de reciclagem de vidro é em média de 25%, embora essa cifra varie amplamente entre as regiões (UNEP, 2022). No Brasil, a reciclagem do vidro é uma realidade bem estabelecida, com uma taxa de recuperação que supera os 55% (AN-VISA, 2021). Esse sucesso na reciclagem pode ser atribuído a iniciativas de coleta seletiva, aumento da conscientização pública e integração da indústria de reciclagem.

A produção de vidro a partir de material reciclado consome cerca de 30% menos energias em comparação com a produção de vidro novo, reduzindo assim a demanda por energia e os custos associados (FROLOV et al., 2020). Essa economia de energia é vital em um cenário global onde a eficiência energética e a mitigação das mudanças climáticas são preocupações centrais.

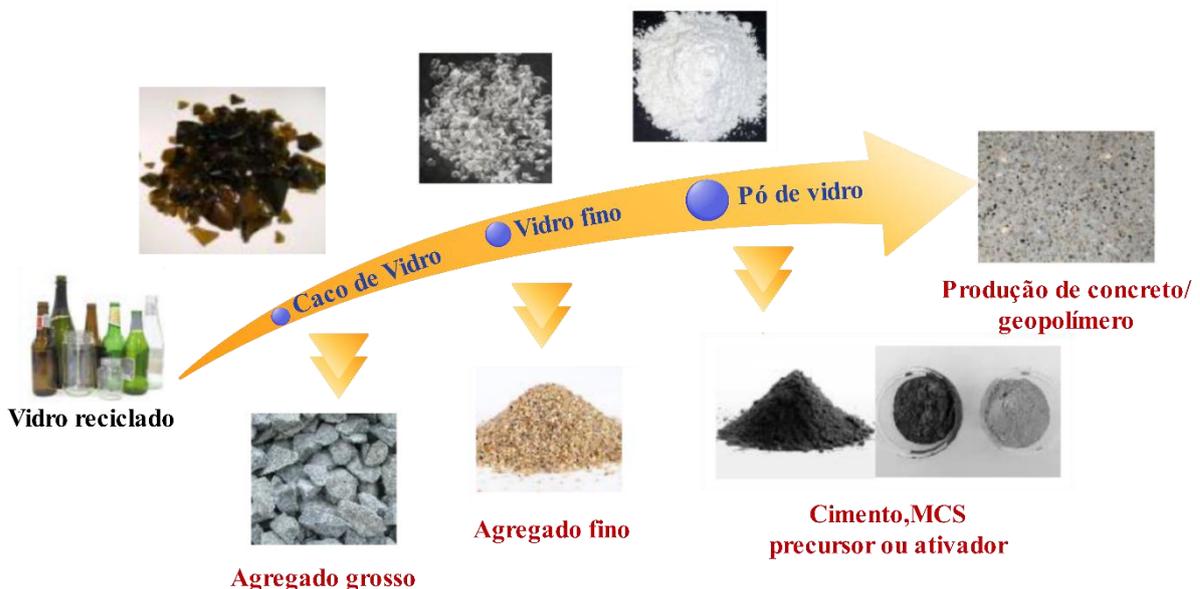
Nos últimos anos, a utilização de micropartículas de vidro em geopolímeros tem surgido como uma alternativa inovadora na construção civil. Os geopolímeros, que são materiais sustentáveis baseados em uma matriz de alumino-silicato, apresentam características mecânicas notáveis e menor impacto ambiental em comparação aos cimentos tradicionais. A incorporação

de vidro reciclado em geopolímeros não só melhora suas propriedades mecânicas, mas também contribui para o conceito de economia circular, ao valorizar resíduos e diminuir a necessidade de matérias-primas virgens (BUSH et al., 2023).

### 2.3.3 Materiais cimentícios confeccionados com resíduos de vidro

Considerando que o vidro descartado possui uma alta concentração de sílica amorfa, a qual é essencial para a reatividade pozolânica, diversas pesquisas têm sido realizadas para incorporar partículas ou pós de vidro na fabricação de concreto ou geopolímeros. Essa incorporação visa substituir parcialmente materiais convencionais, como agregados e cimento, além de atuarem como materiais cimentícios suplementares (MCS). A Figura 9 demonstra o uso do vidro residual como um componente substitutivo na produção de concreto ou geopolímero. Essa estratégia não apenas reduz os custos associados ao concreto, mas também alivia a pressão ambiental gerada pela emissão de CO<sub>2</sub> durante o processo de produção de cimento e utilização de agregados naturais, além de evitar que o vidro descartado seja enviado para aterros sanitários (WENKUI DONG, WENGUI LI, ZHONG TAO, 2021).

Figura 9- Reciclagem de resíduos de vidro para fabricação de concretos cimentícios e geopoliméricos sustentáveis.



Fonte: Adaptado de Dong et al., (2021).

### 2.3.4 Comportamento físico-químico de micropartículas de vidro em materiais cimentícios e geopoliméricos.

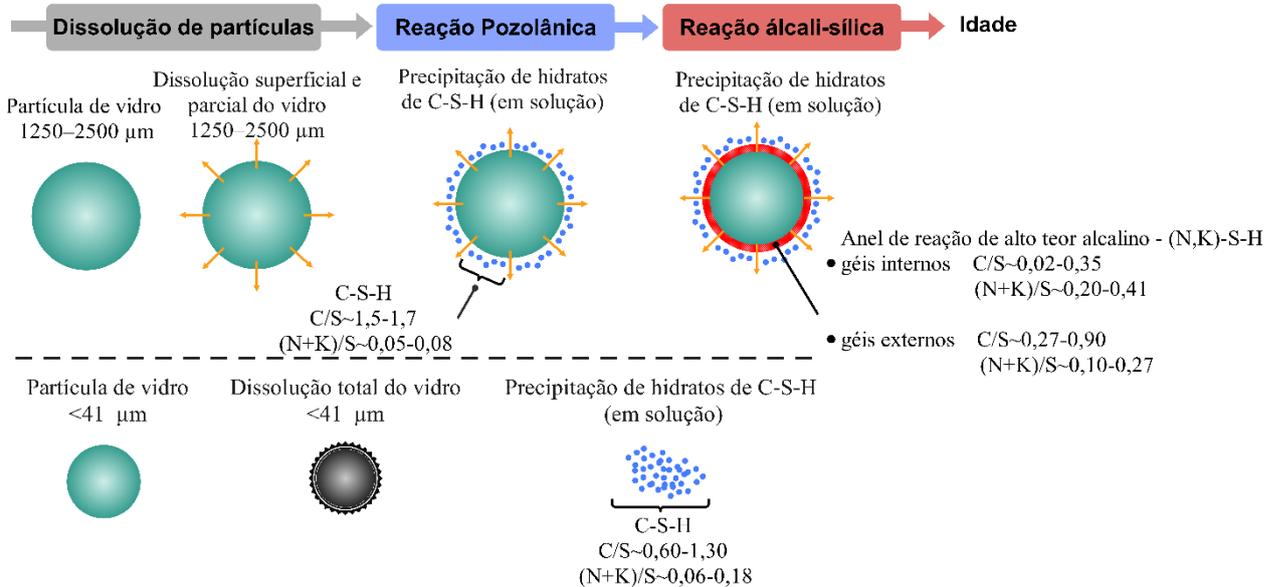
Além da sílica, uma alta quantidade de óxidos de metais alcalinos na formulação do vidro (principalmente óxido de sódio e óxido de cálcio) é fundamental para o desempenho do concreto que utiliza vidro reciclado, devido ao potencial de reação álcali-sílica (RAS). Normalmente, uma menor granulometria das partículas de vidro contribui para aumentar a reatividade pozolânica e atenuar a expansão resultante do RAS. As interações entre a reatividade pozolânica e o RAS têm um impacto significativo nas distintas propriedades mecânicas e na durabilidade dos materiais cimentícios que incorporam resíduos de vidro (DONG et al., 2021; DHIR et al., 2009; GUO et al., 2020; PAUL et al., 2018).

As interações entre a reatividade pozolânica e o RAS impactam de maneira significativa as diversas propriedades mecânicas e a durabilidade de materiais cimentícios que incorporam resíduos de vidro. Atualmente, as propriedades mecânicas de materiais cimentícios que contêm resíduos de vidro vêm sendo amplamente analisadas, incluindo as resistências à compressão, flexão e tração por fissuração. Em virtude da variedade de tipos de vidro, tamanhos de partículas e composições, as pesquisas têm apresentado resultados divergentes sobre os efeitos positivos ou negativos da utilização de resíduos de vidro em materiais cimentícios. Por exemplo, Ziejewska et al (2023) no seu estudo visou desenvolver materiais de construção sustentáveis, reduzindo a demanda por cimento e potencializando propriedades mecânicas dos geopolímeros espumados com a inserção de resíduos de vidro. Foi determinado que a adição de 20–30% de resíduos de vidro com partículas na faixa de 0,1–1200  $\mu\text{m}$  e um diâmetro médio de 550  $\mu\text{m}$  resultou em um aumento aproximado de 80% na resistência à compressão em comparação ao material não modificado. Além disso, a utilização da fração de partículas menores (0,1–40  $\mu\text{m}$ ) em 30% de resíduos alcançou uma área de superfície específica de 43,711  $\text{m}^2/\text{g}$ , porosidade máxima de 69% e uma densidade de 0,6  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

Idir et al (2011), investigam a atividade pozolânica de cacos de vidro mistos, um material difícil de reciclar na produção de novos produtos de vidro. O estudo analisa diferentes tamanhos de partículas, de menos de 40  $\mu\text{m}$  a 2,5 mm, e revela que a atividade pozolânica aumenta com a redução da granulometria das partículas de vidro. Resultados indicam que até 40% de vidro com tamanhos de 540  $\text{m}^2/\text{kg}$  pode resultar em resistência à compressão equivalente ou superior em comparação a material de referência. Além disso, partículas grossas ( $>1$

mm) mostram uma leve atividade pozolânica, confirmada pelo consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  e um aumento de 10% (5 MPa) na resistência, sendo discutida a cronologia das reações pozolânicas e alcalinas (Figura 10).

Figura 10- Reações sucessivas de partículas de vidro grossas e finas.



Fonte: Adaptado de Idir et al., (2011).

Torres-Carrasco e Puertas (2014) investigaram a possibilidade de produzir geopolímeros utilizando cinzas volantes e resíduos de vidro. A pesquisa concluiu que, em todos os sistemas analisados, o produto principal da reação foi a formação de um gel hidratado de alumínio silicato alcalino, responsável pelas propriedades mecânicas dos geopolímeros.

A pesquisa tem demonstrado que o teor de vidro e o tamanho das partículas influenciam significativamente as propriedades mecânicas dos geopolímeros produzidos. Por exemplo, a adição de micropartículas de vidro pode proporcionar uma melhoria na resistência à compressão e à tração, além de aumentar a durabilidade do material (SILVA et al., 2023). Essa relação entre a adição de vidro e a performance do geopolímero é um foco de atenção em estudos contemporâneos, buscando otimizar a formulação e maximizar os benefícios dos materiais.

A incorporação de resíduos de vidro em geopolímeros, quando aplicada nas proporções adequadas, pode resultar em melhorias significativas nas propriedades mecânicas do composto resultante. Vários estudos têm investigado a utilização de diferentes tipos de vidro, incluindo placas, recipientes de vidro soda-cal, vidro borossilicato e vidro âmbar, como materiais precursores para geopolímeros. As pesquisas revelaram que a adição de resíduos de vidro, em quantidades variando entre 5% e 12,5% em massa, leva a um aprimoramento das propriedades

mecânicas dos compósitos produzidos (DADSETAN et al., 2021; CYR; IDIR; POINOT, 2012; ALVARENGA et al., 2021; SI et al., 2020).

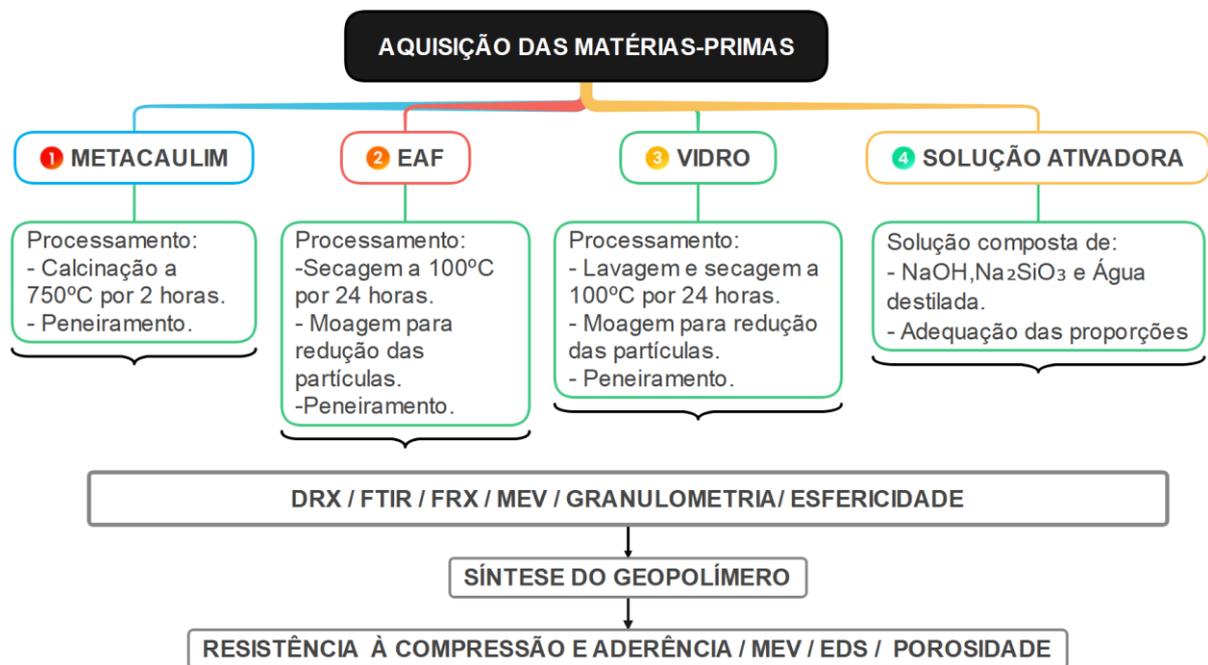
Badanoiu, Saadi e Stoleriu (2015) estudaram a formação de geopolímero a partir de micropartículas de vidro, com a utilização de solução de NaOH de 5M, submetido a tratamentos térmicos em diferentes temperaturas, entre 400 a 800 °C. Os resultados obtidos mostraram-se promissores, pois alcançaram valores de resistência à compressão entre 15 a 25 MPa após três dias de cura a 60 °C.

O vidro é um material essencial com um papel significativo em diversas aplicações modernas. Sua versatilidade, combinada com a crescente conscientização sobre a necessidade de práticas sustentáveis, faz dele um candidato ideal para a formulação de novos materiais, como os geopolímeros. A reciclagem de vidro, aliada à pesquisa que explora seu uso como aditivo em geopolímeros, abre novas oportunidades para inovações que beneficiam tanto a construção civil quanto o meio ambiente. À medida que continuamos a explorar essas possibilidades, é fundamental considerar a interação de diferentes materiais e como eles podem ser integrados de maneira eficaz para atender às demandas do futuro em sustentabilidade e eficiência.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão apresentados os materiais, equipamentos e as metodologias utilizadas na síntese dos geopolímeros, além das técnicas de processamento e caracterização das matérias-primas e dos geopolímeros. Conforme se pode visualizar de forma simplificada no fluxograma da Figura 11.

Figura 11- Resumo das metodologias usada no estudo dos geopolímeros.



Fonte: Autor (2024).

#### 3.1 MATERIAIS

Para a produção das pastas geopoliméricas, foram empregadas como matérias-primas o metacaulim, a escória de alto-forno, micropartículas de vidro e uma solução alcalina composta por hidróxido de sódio e silicato de sódio.

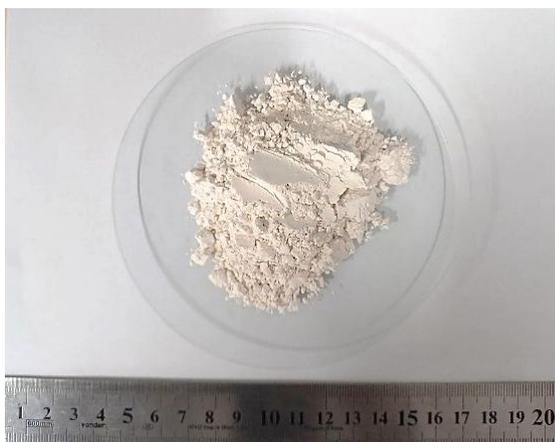
##### 3.1.1. Metacaulim

Ao desempenhar uma função essencial no processo de geopolimerização, como fonte de Al-Si, o metacaulim se destaca como uma das principais fontes de aluminossilicatos empregadas nesta pesquisa. O material, doado pela empresa Vivace, foi fornecido na forma de um mineral argiloso denominado caulim (Figura 12).

Na imagem apresentada (Figura 12), observa-se uma amostra de metacaulim disposta sobre uma placa de Petri transparente, evidenciando sua textura fina e coloração esbranquiçada a levemente bege. A presença de uma régua na parte inferior da imagem permite estimar a granulometria do material, sugerindo uma distribuição de partículas finas, característica desejável para a reatividade na síntese de geopolímeros.

O processo de transformação de caulim para metacaulim está descrito no item 3.2.1, onde são detalhadas as etapas de calcinação.

Figura 12-Metacaulim.



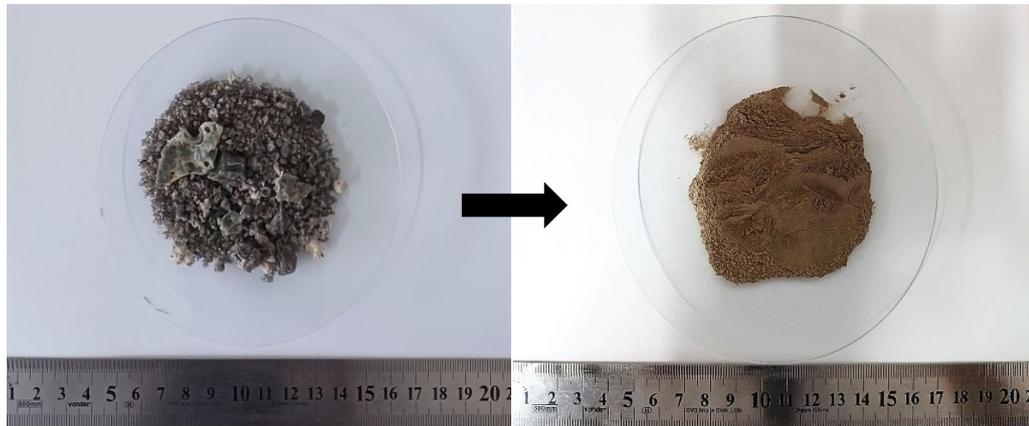
Fonte: Autor, (2024).

### 3.1.2 Escória de Alto Forno (EAF)

Para a síntese da pasta geopolimérica, empregou-se o resíduo de escória de alto-forno. O uso desse material, além de ser uma fonte de óxido de cálcio (CaO), atua como aglutinante e como enchimento nas matrizes inorgânicas, contribuindo para a resistência e durabilidade dos geopolímeros.

Na Figura 13 observa-se a escória em sua forma granular bruta, composta por partículas irregulares e de diferentes tamanhos. Para torná-la adequada à síntese geopolimérica, o material foi submetido a um processo de moagem em moinho de bolas, resultando em um pó fino, como mostrado na imagem à direita. A transformação da escória bruta em um material com granulometria reduzida melhora sua reatividade e integração com a matriz geopolimérica. O processo de cominuição foi realizado em laboratório, conforme descrito no item 3.2.2, garantindo que a escória moída atenda aos requisitos necessários para a formulação das argamasas geopoliméricas.

Figura 13-Escória de Alto Forno processada



Fonte: Autor, (2024).

### 3.1.3 Solução ativadora: Hidróxido de Sódio e Silicato de Sódio

Para fornecer uma quantidade extra de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) ao sistema, foi utilizado silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) alcalino de origem comercial, obtido da marca Êxodo Científica S.A., cujas propriedades químicas estão detalhadas na Tabela 2, conforme informações fornecidas pelo fabricante. Esse composto tem um papel essencial na ativação dos precursores cimentícios, pois ajuda a dissolver os materiais ricos em alumínio e silício, facilitando a formação da estrutura geopolimérica.

Tabela 2-Especificações do Silicato de Sódio

Determinação	Especificação
Forma	pó
Cor	Branco
$\text{Na}_2\text{O}$	23 - 26 %
$\text{SiO}_2$	56 - 60 %
Relação $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	2,28 - 2,4 %
Sólidos Totais	79 – 86 %
Umidade	Máx. 10%
pH	11 - 13

Fonte: Êxodo Científica

Para garantir o pH alcalino entre 10 e 13 na geopolimerização, foi utilizado hidróxido de sódio (NaOH) comercial, fabricado pela Êxodo Científica. As características físicas e químicas estão apresentados na tabela 3.

Tabela 3-Especificações do Hidróxido de Sódio

<b>Determinação</b>	<b>Especificação</b>
Forma	Escamas
Cor	Branco
Concentração Min.	97,5%
Carbonato de Sódio Máx.	0,6%
Ferro Máx.	0,0006%

Fonte: Êxodo Científica

### 3.1.4 Micropartículas de Vidro

Para a obtenção das micropartículas, utilizaram-se duas fontes de vidro de silicato. A primeira proveniente de vidro comum, obtida a partir de pedaços de garrafas recicladas coletadas em residências e estabelecimentos comerciais na cidade de Ananindeua, PA. A segunda fonte foi o borossilicato, obtido a partir de vidrarias quebradas do laboratório de Química da UFPA – Campus Ananindeua. O material foi lavado, seco e submetido manualmente a uma pré-redução para facilitar a etapa seguinte de trituração (Figura 14).

Figura 14-Fonte das micropartículas de vidro para síntese do geopolímero.



Fonte: Autor, (2024).

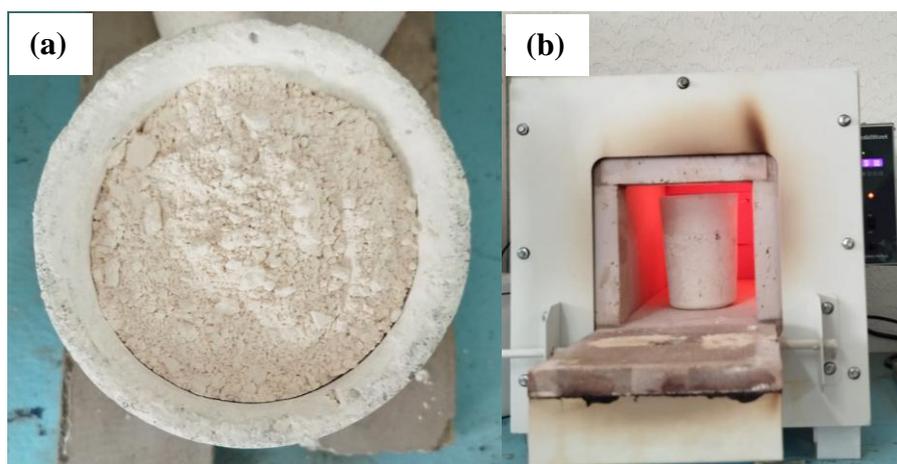
## 3.2 MÉTODOLOGIA EXPERIMENTAL

O processo experimental foi conduzido basicamente em quatro etapas: primeiro, o beneficiamento térmico e mecânico dos precursores; em seguida, a caracterização dos mesmos; depois, uma pesquisa exploratória que definiu as diretrizes para a síntese dos geopolímeros; e, por fim, a avaliação da eficácia da geopolimerização na obtenção dos geopolímeros por meio de ensaios de compressão e MEV e EDS.

### 3.2.1 Calcinação do Caulim

O processo de calcinação do caulim foi realizado no Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA, localizado em Ananindeua, utilizando um forno mufla da marca SOLID STEEL 16L, com capacidade de aquecimento de até 1200 °C. Para este estudo, a temperatura de calcinação adotada foi de 750 °C, mantida por um período contínuo de 2 horas. A escolha dessa temperatura e duração baseou-se nos estudos de Elimbi et al. (2010), que apontam que, durante a desidroxilação das argilas cauliníticas, a estrutura do metacaulim atinge um "estado de desordem" máximo nessa faixa de temperatura. Esse estado de desordem estrutural é crucial, pois favorece as propriedades reativas do metacaulim, melhorando as características finais dos produtos geopoliméricos. A Figura 15 ilustra o processo de calcinação do caulim, destacando as etapas envolvidas.

Figura 15-Obtenção do metacaulim. (a) cadinho com caulim; (b) em forno mufla



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.2 Beneficiamento da Escória de Alto Forno.

No Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA (Ananindeua), a escória de alto-forno foi submetida inicialmente a um processo de secagem em estufa da marca STERILIFER, com temperatura controlada em torno de  $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , por um período de 24 horas. Esse procedimento garantiu a remoção completa da umidade presente, prevenindo a sinterização das partículas. Após a secagem, a escória foi submetida à moagem em um moinho de bolas da marca MARCONI, o que resultou na redução da granulometria e no aumento da área de superfície específica, ambos essenciais para a reatividade do material. Para assegurar a granulometria desejada, o material moído foi peneirado utilizando uma peneira de #200 mesh, com abertura de  $75\ \mu\text{m}$ . O fluxograma apresentado na Figura 16 ilustra o processo completo de beneficiamento da escória de alto-forno (EAF), destacando as etapas de secagem, moagem e peneiramento.

Figura 16-Fluxograma do beneficiamento da escória de alto Forno



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.3 Beneficiamento do resíduo de vidro.

Após o processo de pré-redução, os pedaços de vidro foram triturados a seco em um moinho de jarro da marca MARCONI. Para alcançar a granulometria desejada, o vidro residual foi peneirado utilizando um conjunto de peneiras com malhas de  $180\ \mu\text{m}$  e  $75\ \mu\text{m}$ . Para obter partículas menores que  $75\ \mu\text{m}$ , o processo foi complementado no Laboratório de Nanoestruturação 3D (LabNano3D), localizado no campus da UFPA em Belém, utilizando um moinho planetário de bolas da marca Retsch® PM 100. O equipamento operou a 400 rpm, com uma massa de 80 g de material e microesferas de óxido de zircônio com  $\varnothing 1\ \text{mm}$ . Como resultado dos processos de moagem, foram obtidas cinco faixas granulométricas distintas: 0,1– $350\ \mu\text{m}$  (vidro

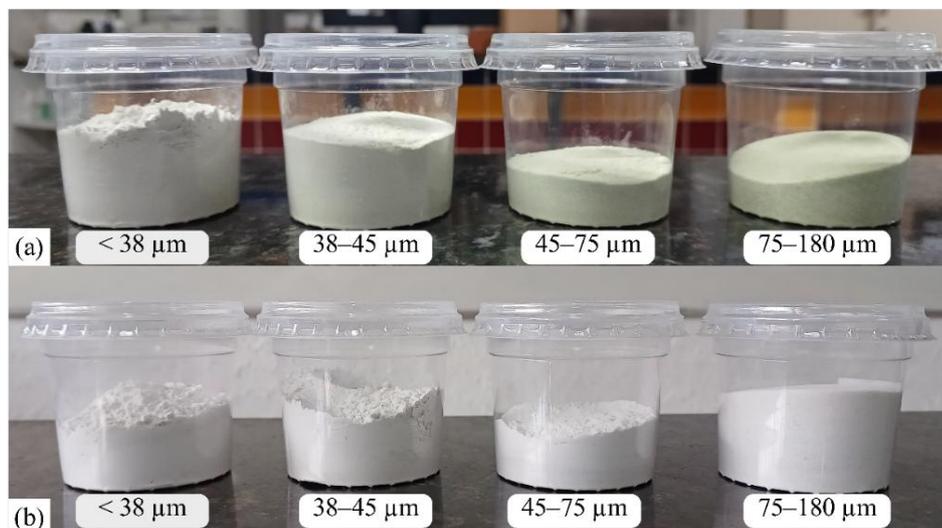
residual não classificado), 180–75  $\mu\text{m}$ , 75–45  $\mu\text{m}$ , 45–38  $\mu\text{m}$  e <38  $\mu\text{m}$ . O fluxograma apresentado na Figura 17 ilustra o processo de beneficiamento do vidro, destacando as etapas realizadas com a estufa e os moinhos. As frações de micropartículas de vidro produzidas foram devidamente separadas e acondicionadas em recipientes plásticos, conforme ilustrado na Figura 18.

Figura 17-Representação esquemática do beneficiamento do resíduo de vidro.



Fonte: Autor, (2024).

Figura 18-Faixas granulométricas de micropartículas de vidro obtidas. (a) Vidro de garrafas (b) Vidro Borossilicato



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.4 Preparo da Solução Ativadora

Para este estudo, foram adotadas duas abordagens para a elaboração da solução ativadora. A primeira consistiu na solubilização exclusiva de silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) em uma solução de hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ) a  $5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , denominada solução ativadora controle. A segunda abordagem utilizou silicato de sódio e  $\text{NaOH}$  na mesma concentração, porém com a adição de micropartículas de vidro, buscando avaliar o efeito desse componente na formulação. A escolha da solução de  $\text{NaOH}$  a  $5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  para a síntese de geopolímeros fundamenta-se em sua eficácia em potencializar as propriedades mecânicas dos materiais geopoliméricos à base de vidro (TOGNONVI et al., 2022; XIAO et al., 2020; XIAO et al., 2021; BALAGUER PAS-CUAL et al., 2021; ZHANG et al., 2020; KHATER e GHAREEB, 2023).

#### 3.2.4.1 Solução ativadora controle

Para a solução ativadora controle, foram preparadas cinco soluções com percentuais em massa de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  de 20%, 30%, 40%, 50% e 60%. As quantidades necessárias de  $\text{NaOH}$  e  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  foram pesadas separadamente utilizando uma balança analítica, com as proporções ajustadas de acordo com a concentração desejada da solução ativadora.

Em um recipiente limpo e adequado, de capacidade suficiente, foi preparada uma solução aquosa de hidróxido de sódio a  $5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . Em seguida, essa solução foi aquecida até atingir a temperatura de  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ , momento em que o silicato de sódio em pó foi adicionado. Durante todo o processo, a mistura foi constantemente agitada e mantida em aquecimento, a fim de garantir a solubilidade eficiente do  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . A Figura 19 representa o processo de preparação da solução ativadora controle.

Figura 19-Processo de preparação da solução ativadora controle.



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.4.2 Solução Ativadora com micropartículas de vidro: Variação do teor de vidro

Nessa etapa não foi considerada as faixas granulométricas classificadas, ou seja, utilizou-se as micropartículas de 0,1–350  $\mu\text{m}$  (vidro residual não classificado). Para a preparação da solução ativadora com diferentes porcentagens de micropartículas de vidro, (20%, 30%, 40%, 50% e 60%), seguiu-se o mesmo procedimento descrito no item 3.2.4.1, porém adicionando as micropartículas de vidro e o silicato de sódio ao mesmo tempo, na solução alcalina em temperatura de 80 °C. A Figura 20 têm como objetivo ilustrar, de forma geral, as etapas do preparo da solução ativadora com adição de vidro.

Figura 20-Processo de preparação da solução ativadora com micropartículas de vidro.

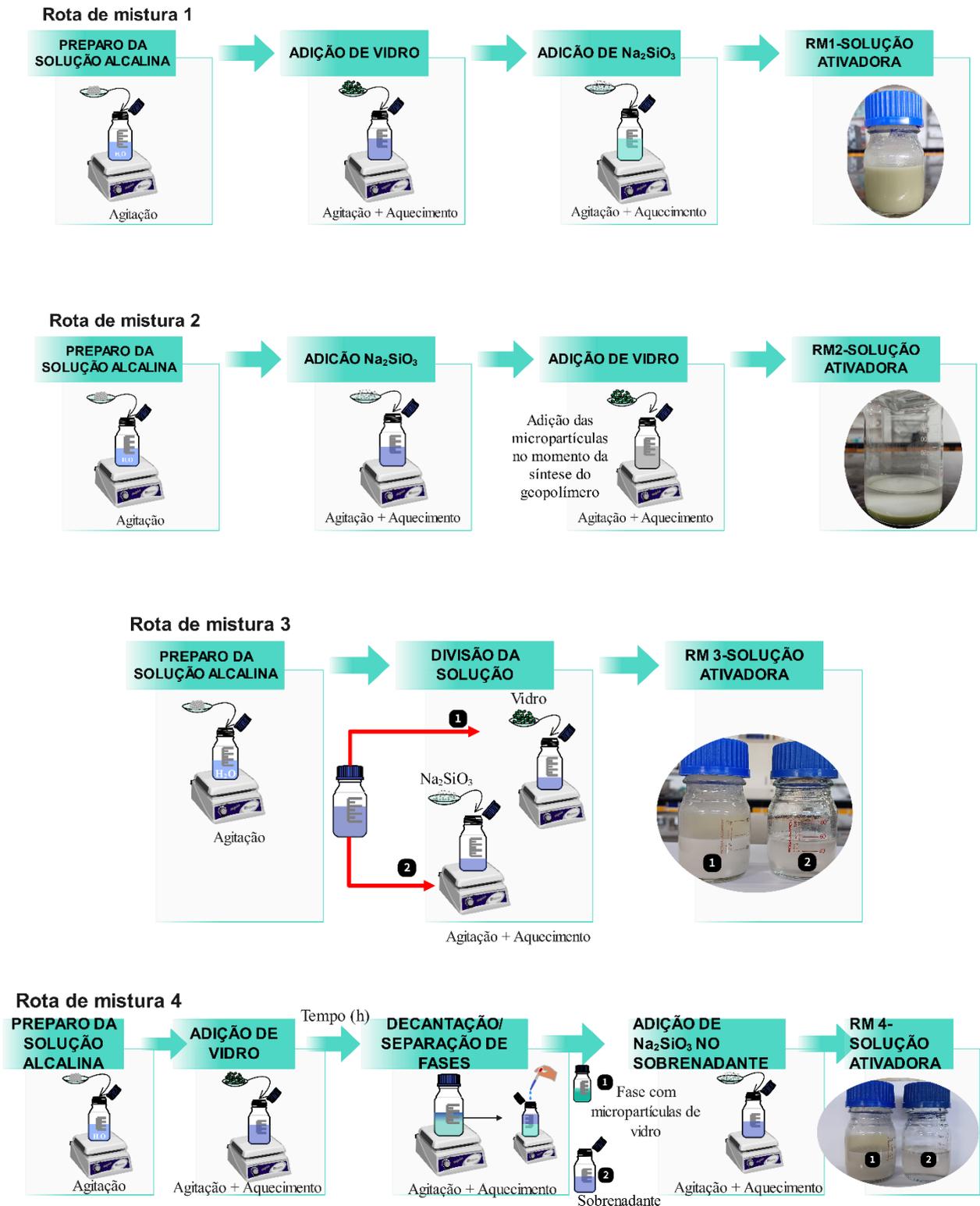


Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.4.3 Rotas de misturas para a solução ativadora com micropartículas de vidro

Com o objetivo de sondar o comportamento e a influência das micropartículas de vidro na solução ativadora e na resistência dos geopolímeros foi elaborado 4 rotas de mistura. Nessas rotas foi considerado como fator variável apenas o processo de mistura do vidro na solução ativadora. A temperatura de aquecimento (80 °C), a concentração da solução alcalina, a quantidade de silicato de sódio bem como a faixa granulométrica foram mantidas constantes. As etapas de cada rota de mistura são sintetizadas na Figura 21.

Figura 21-Rotas de mistura: Processo de preparação da solução ativadora com micropartículas de vidro.



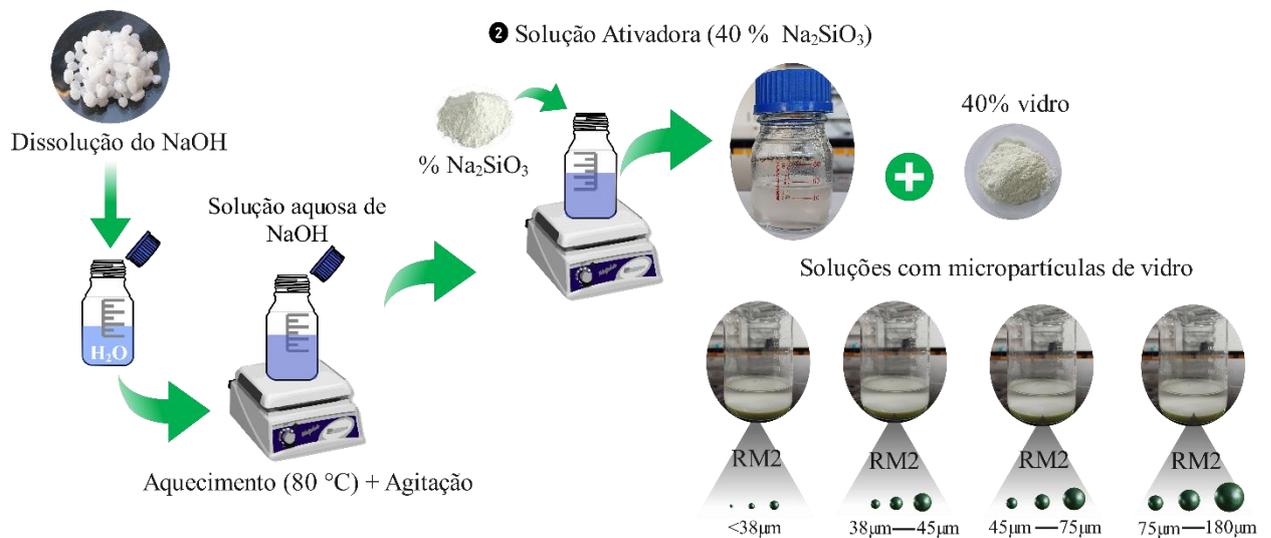
Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.4.4 Solução Ativadora com micropartículas de vidro: Variação da faixa granulométrica do vidro

Após determinar o teor de vidro na solução ativadora, que intensificou a resistência à compressão do geopolímero e determinado o a rota de mistura mais adequado buscou-se variar o tamanho das partículas de vidro na solução ativadora, a fim de sondar sua influência no desempenho dos geopolímeros.

A soluções foram preparadas com base na rota de mistura 2 (RM2) descrita no item 3.2.4.3. Ao total foram preparadas dez soluções, cinco para vidro comum de garrafas e cinco para o vidro de borossilicato, com suas respectivas faixas granulométricas. A Figura 22 exemplifica o processo de síntese das soluções. Após o preparo as soluções foram usadas para síntese dos geopolímeros.

Figura 22-Processo de preparação da solução ativadora com micropartículas de vidro.



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.5 Caracterização dos materiais precursores

#### 3.2.5.1 Difractometria de Raios-X (DRX)

A difração de raios-X é particularmente eficaz para analisar materiais cristalinos, onde os átomos estão dispostos ordenadamente em planos com espaçamentos definidos.

A identificação das fases minerais presentes no caulim, metacaulim e escória de alto-forno foi realizada no Instituto de Geociências e Engenharias (IGE), localizado na Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará (Unifesspa), na cidade de Marabá/PA. Para as análises, foi utilizado um difratômetro de raios X da marca Shimadzu, modelo XRD-7000, equipado com um tubo metálico de cobre. As análises foram conduzidas com um ângulo de varredura de  $10^\circ$  a  $120^\circ$  e um passo de 0,02 segundos. A identificação das fases minerais presentes nas amostras foi feita utilizando o software X'pert High Score Plus, da empresa Panalytical. A Figura 23 apresenta o difratômetro de raios X utilizado neste estudo.

Figura 23-Difratômetro de Raios-X.



Fonte: Silva, (2009).

#### 3.2.5.2 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Por meio da análise de FTIR, foi possível identificar os grupos funcionais dos materiais estudados. As amostras foram analisadas com o espectrômetro Thermo Electron, modelo Nicolet S10, no Laboratório de Espectroscopia de Infravermelho do Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal do Pará (PPGF-UFPA). As matérias-primas avaliadas in-

cluíram caulim, metacaulim e escória de alto-forno. O equipamento realizou varreduras espectrais no infravermelho médio, abrangendo o intervalo de números de onda de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , com resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.2.5.3 Fluorescência de raios X (FRX)

A composição química das micropartículas de vidro foi determinada utilizando a técnica de Fluorescência de Raios X (FRX). As análises foram conduzidas no Laboratório de Análises Minerais, do Centro de Tecnologia Mineral Prof. José Yvan Pereira Leite - IFRN, localizado em Currais Novos - RN. Foi utilizado o espectrômetro de bancada de Energia Dispersiva (EDX) da marca Thermo Fisher Scientific, modelo ARL QUANT'X, com o método a vácuo para leitura de elementos leves.

Figura 24-Espectrômetro de bancada de Energia Dispersiva (EDX)

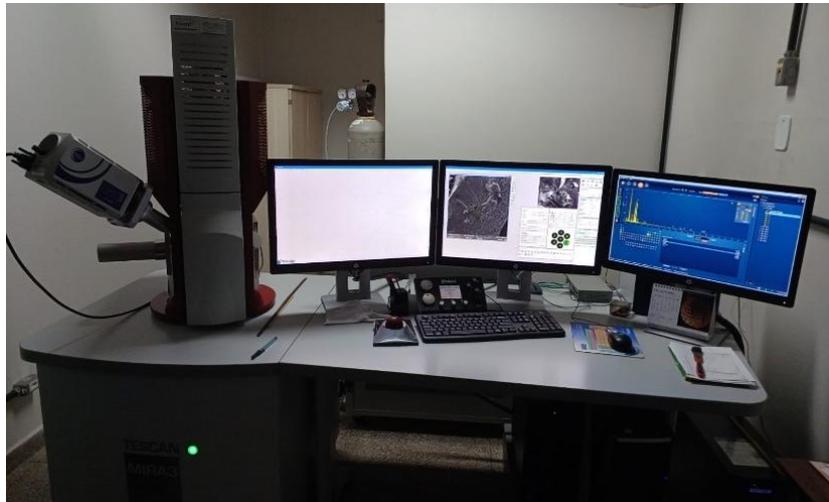


Fonte: Thermo Fisher Scientific, 2024

### 3.2.5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras de caulim, metacaulim, escória de alto-forno e vidro, assim como os geopolímeros sintetizados, foram submetidas à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com o objetivo de caracterizar morfológicamente e quimicamente os materiais. As imagens foram obtidas no Laboratório Institucional de Microscopia Eletrônica de Varredura do Museu Paraense Emílio Goeldi, utilizando um microscópio eletrônico da marca TESCAN, modelo Mira3, que é equipado com um espectrômetro de dispersão de energia (EDS) da OXFORD INSTRUMENTS, modelo X-MANN, conforme ilustrado na Figura 25.

Figura 25-Microscópio Eletrônico de Varredura.



Fonte: Autor, (2024)

### 3.2.5.5 Granulometria das micropartículas de vidro

Este método de análise de tamanhos de partículas, comumente conhecido como difração a laser, baseia-se na medição dos ângulos de difração do feixe laser, os quais estão inter-relacionados ao diâmetro das partículas (SAMPAIO et al., 2007). A análise granulométrica a laser das micropartículas de vidro foi realizada para fornecer o tamanho e a distribuição das partículas das amostras estudadas. A análise granulométrica foi realizada utilizando o granulômetro a laser Mastersizer 300 /Malvern Panalytical (Figura 26), do CTM (Centro de Tecnologia Mineral) do IFRN. O software do equipamento gera uma Tabela onde estão contidas as informações granulométricas da amostra.

Figura 26-Sistema para análise de tamanho de partículas por difração a laser.



Fonte: Malvern Panalytical,2024

### 3.2.5.6 Análise da Esfericidade

A determinação da esfericidade das amostras é realizada por meio de uma técnica: a análise de imagem dinâmica. A seguir, são apresentadas as metodologias experimentais associadas a essa técnica. Os ensaios com análise de imagem dinâmica foram conduzidos pelo Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) da Universidade de São Paulo (USP).

A análise de imagem dinâmica foi efetuada utilizando o equipamento da marca Retsch, modelo Camsizer XT (Figura 27), mediante dispersão, conforme os procedimentos descritos pela norma ISO 13322-2/2006.

Figura 27-Aparato de análise de imagem dinâmica – CAMSIZER.



Fonte: Retsch Technology, 2024.

### 3.2.6 Processo de Síntese dos Geopolímeros

A produção das pastas teve como ponto de partida os estudos de Almeida (2023) e de Cruz (2023), que sintetizaram corpos de prova cilíndricos com uma melhor relação metacaulim/escória em percentuais de massa, resultando em uma pasta com resistência à compressão 36,56 MPa.

A produção de geopolímeros envolve um processo meticuloso que combina diferentes materiais para formar um material resistente e durável. A seguir são descritas as etapas envolvidas nesse processo:

#### 3.2.6.1 Síntese do geopolímero padrão

A primeira etapa consiste na mistura do metacaulim e da escória de alto forno. Esses dois componentes são cuidadosamente combinados em um misturador, onde a proporção adequada é crucial para garantir as características desejadas do geopolímeros.

Na segunda etapa, o pó resultante da mistura do metacaulim e da escória de alto forno é combinado com a solução. Essa mistura é realizada em um misturador, garantindo uma distribuição homogênea dos componentes e uma reação eficaz.

A partir da obtenção das pastas geopoliméricas, foram moldados 5 (cinco) corpos de prova (CPs) cilíndricos, com dimensões de 2,5x5 cm de comprimento, para a determinação da resistência a compressão, segundo a NBR 5738 (2016). Após o período de 24 horas dos CPs nos moldes, eles foram desmoldados e ficaram 7 dias em cura à temperatura ambiente. Durante esse período, ocorre a reação química conhecida como polimerização, na qual as ligações químicas se fortalecem, resultando em um material sólido e resistente. Esse período de cura é essencial para garantir as propriedades mecânicas desejadas no geopolímero, como resistência à compressão e durabilidade. A Figura 28 ilustra as etapas adotadas na síntese da pasta geopolimérica padrão.

Figura 28-Diagrama esquemático do processo de síntese dos geopolímeros.



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.6.2 Síntese do geopolímero com micropartículas de Vidro

As etapas para a síntese dos geopolímeros com micropartículas de vidro seguem os mesmos procedimentos descritos no item 3.2.6.1, trocando apenas a solução ativadora padrão pela solução ativadora com micropartículas de vidro. A Figura 29 ilustra as etapas adotadas na síntese da pasta geopolimérica com micropartículas de vidro.

Figura 29-Diagrama esquemático do processo de síntese dos geopolímeros com adição de micropartículas de vidro.



Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.7 Avaliação das pastas geopolimérica

#### 3.2.7.2 Resistência à compressão da pasta geopoliméricas

Os corpos de prova destinados aos testes foram submetidos a ensaio de resistência à compressão no Laboratório de Práticas Tecnológicas, localizado no Campus Ananindeua da Universidade Federal do Pará. O procedimento seguiu as diretrizes estabelecidas pela ABNT NBR 5739 (2018). A intenção é realizar todos os experimentos utilizando uma prensa hidráulica elétrica da marca Contenco, cuja capacidade máxima de carga é de 100 toneladas (Figura 30).

Figura 30-Máquina de Ensaio Universal.



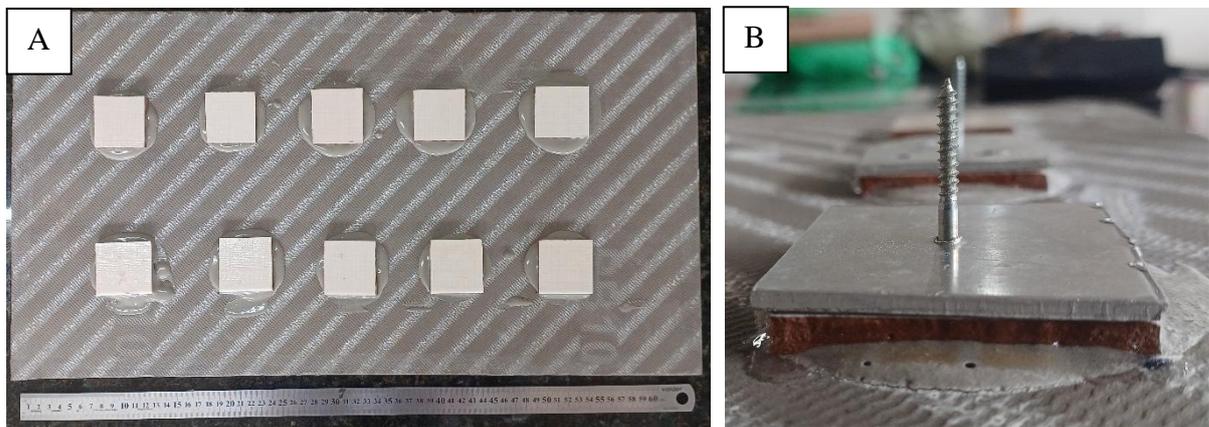
Fonte: Autor, (2024).

### 3.2.7.3 Determinação da resistência de aderência à tração

A pasta geopolimérica de maior desempenho foi submetida ao ensaio de resistência de aderência à tração conforme a ABNT NBR 14081-4:2012. Placas cerâmicas com dimensões de 5 cm x 5 cm foram assentadas em substrato padrão, compatível com determinação da norma. A referida ABNT determina que sejam posicionadas dez placas cerâmicas limpas e secas sobre a argamassa estendida em cordões, de modo que fique uma distância de 5 cm entre elas e de 2,5 cm entre as arestas das placas e a borda mais próxima do substrato padrão. Sobre cada placa foi aplicado uma carga, centralizada, com massa padrão de 2 kg, durante 30s. A Figura 31 mostra o assentamento das placas cerâmicas no substrato com a pasta geopolimérica de maior desempenho.

Durante 7 dias, os substratos ficaram em processo de cura no laboratório, com temperatura média de 23°C e 61 % de umidade relativa do ar. Para o ensaio de arrancamento foram coladas peças metálicas sobre as placas cerâmicas, com as mesmas dimensões das mesmas, realizando-se isto 72h antes da data do ensaio de arrancamento. A colagem foi realizada com adesivo epóxi.

Figura 31-A: Assentamento das placas cerâmicas. B: Peças metálicas sobre as placas cerâmicas



Fonte: Autor, 2024.

O ensaio de arrancamento por tração foi realizado no Laboratório de Caracterização de Materiais (LABCMAT), localizado no campus da Universidade Federal do Pará em Ananindeua. Para o experimento, utilizou-se uma máquina universal de ensaios mecânicos equipada com uma célula de carga de 10 kN e operando a uma velocidade de  $250 \pm 50$  N/s (Figura 32). O valor da força de tração necessária para arrancar a placa foi registrado e monitorado por meio de um software específico.

Figura 32-Ensaio de resistência de aderência à tração.



Fonte: Autor, 2024.

A tensão de aderência ( $f_t$ ) é obtida mediante a expressão 1:

Onde:

$$f_t = \frac{T}{A} \quad (1)$$

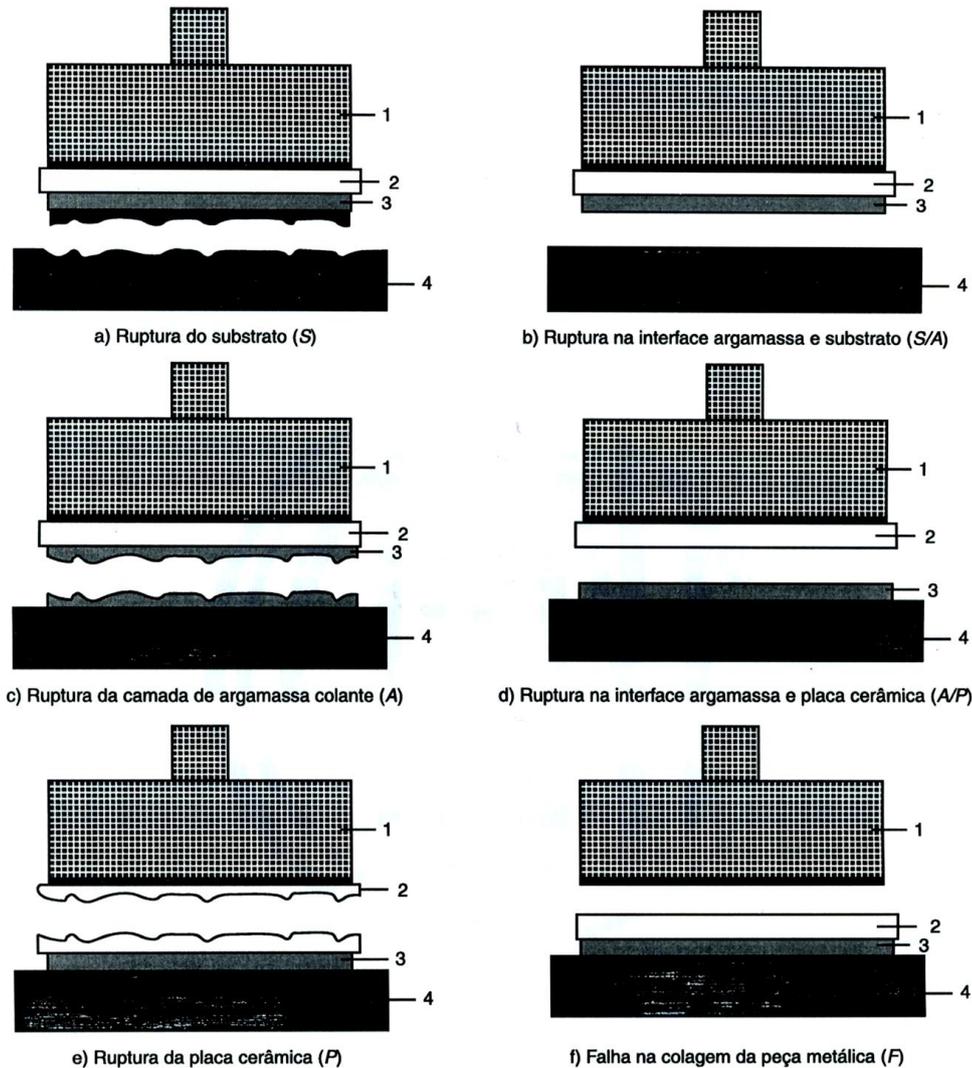
$f_t$  é a tensão de aderência em  $\text{N}/\text{mm}^2$ ;

$T$  é a força de tração máxima em N;

$A$  é a área de ruptura da placa cerâmica, em  $\text{mm}^2$ .

Durante o ensaio também foi avaliado o tipo de ruptura, que é classificada de acordo com a norma técnica NBR 14081-4: 2012, como pode ser visualizado na Figura 33.

Figura 33 -Formas de ruptura no ensaio de resistência de aderência a tração para um sistema de revestimento.



Fonte: NBR 14081-4, 2012, p.5

### 3.2.7.4 Análise de porosidade via software Image J

A avaliação da porosidade foi conduzida a partir de imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando o software de código aberto ImageJ (Image Processing and Analysis in Java) (Rasband, 2012), disponível em <https://imagej.net/ij/download.html>.

O procedimento iniciou com o processamento das imagens em tons de cinza no ImageJ, convertendo-as para escala preto e branco. Para isso, acessou-se as opções “Image” > “Type” > “8-bit”. Em seguida, selecionou-se a porção de interesse da imagem, sendo selecionada toda a imagem de MEV na análise da porosidade intergranular.

A identificação dos poros foi realizada através de coloração específica para pixels representando porosidade. Utilizou-se a função “Threshold...” (acessada em “Image” > “Adjust” > “Threshold...” ou pelo atalho “Ctrl+Shift+T”), configurando a barra inferior para “0” e ajustando a superior até que os poros fossem destacados. Manteve-se as opções “Dark background” e “Stack histogram” desmarcadas, selecionando “Default” e alterando a cor para “B&W”. Assim, os poros foram exibidos em branco e o restante da imagem em preto

O cálculo da porosidade foi realizado pela análise da proporção de pixels branco em relação ao total. Na função “Analyze” > “Analyze Particles...”, as configurações “Size (pixel<sup>2</sup>): 0-Infinity” e “Circularity: 0.00-1.00” foram mantidas, com as opções “Display results” e “Summarize” habilitadas. Após confirmar com “OK”, o software gerou uma planilha contendo a coluna “%Area”, que indicava a porcentagem de pixels brancos. Este valor foi utilizado para determinar a porosidade.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS PRECURSORES

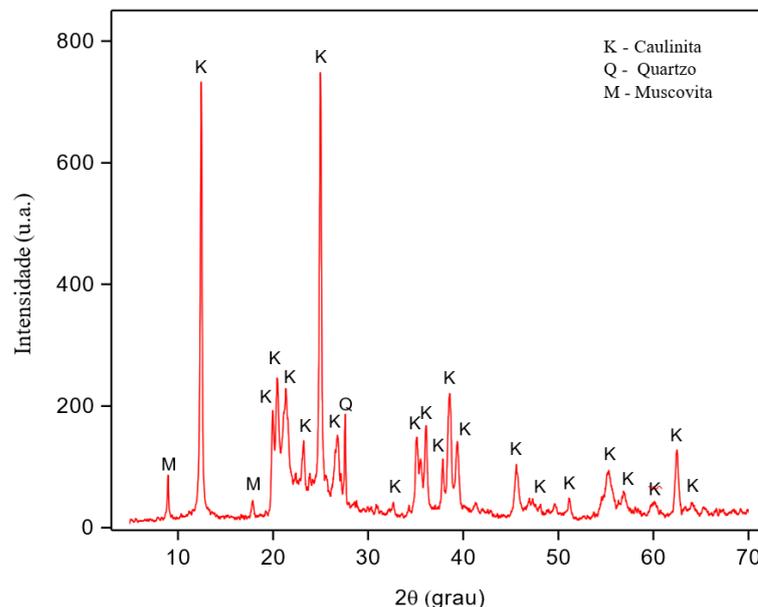
#### 4.1.1. Caulim

##### 4.1.1.1 Análise por difração de raios-X (DRX)

O caulim é uma rocha de granulometria fina que se caracteriza predominantemente por sua composição argilosa, geralmente apresentando baixo teor de ferro e uma coloração que varia entre o branco e o quase branco (GRIM, 1953; SANTOS, 1989; CORNELIS; DUTROW, 2007). O principal componente mineral do caulim é a caulinita, um argilomineral que pertence ao grupo dos kaolinitas. A caulinita se forma por meio do empilhamento regular de camadas na configuração 1:1 (T-O), onde cada camada é composta por uma folha de tetraedros de  $\text{SiO}_4$  e uma folha de octaedros de  $\text{Al}_2(\text{OH})_6$ . Sua fórmula mínima é representada como  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  ou  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  (MOORE; REYNOLDS, 1989). Destaca-se como o argilomineral mais importante e abundante deste grupo.

Na Figura 34, observa-se que a amostra de caulim utilizada neste estudo possui as seguintes fases mineralógicas: caulinita ( $\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$ ), quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) e picos característicos da mica muscovita ( $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Esses achados são consistentes com dados da literatura sobre estruturas analisadas por Difração de Raios X (DRX) em amostras de caulim, demonstrando que o caulim é essencialmente caulinitico (ABUBAKAR et al., 2020).

Figura 34-Difração de Raios-X do Caulim.

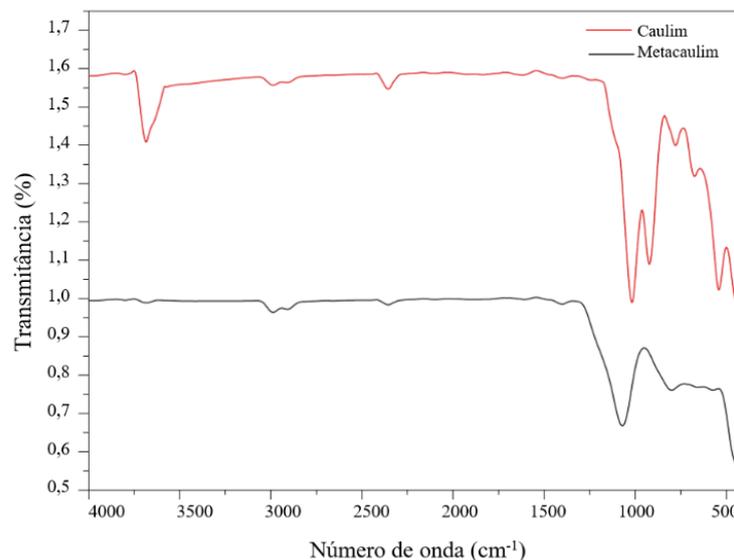


Fonte: Autor, (2023).

#### 4.1.1.2 Análise por espectroscopia FTIR do Caulim e Metacaulim

A Figura 35 exibe os espectros vibracionais na faixa infravermelha ( $4000-500\text{ cm}^{-1}$ ) para as matérias-primas argilosas. Nas absorções de água típicas da caulinita, as bandas de  $3683$  a  $3100\text{ cm}^{-1}$  representam estiramentos da ligação OH. Entre  $1100-1000\text{ cm}^{-1}$ , as bandas indicam vibração da ligação Si-O, enquanto em  $910\text{ cm}^{-1}$ , há uma banda de deformação Al-OH. Nas frequências de  $800$ ,  $752$  e  $530\text{ cm}^{-1}$ , as bandas são associadas à vibração da ligação Si-O-Al, e a  $693$ ,  $465$  e  $425\text{ cm}^{-1}$ , são características da ligação Si-O. Em resumo, essas bandas refletem a estrutura da argila, conforme descrito por Silva et al. (2021).

Figura 35-Espectroscopia do Infravermelho do Caulim e Metacaulim.



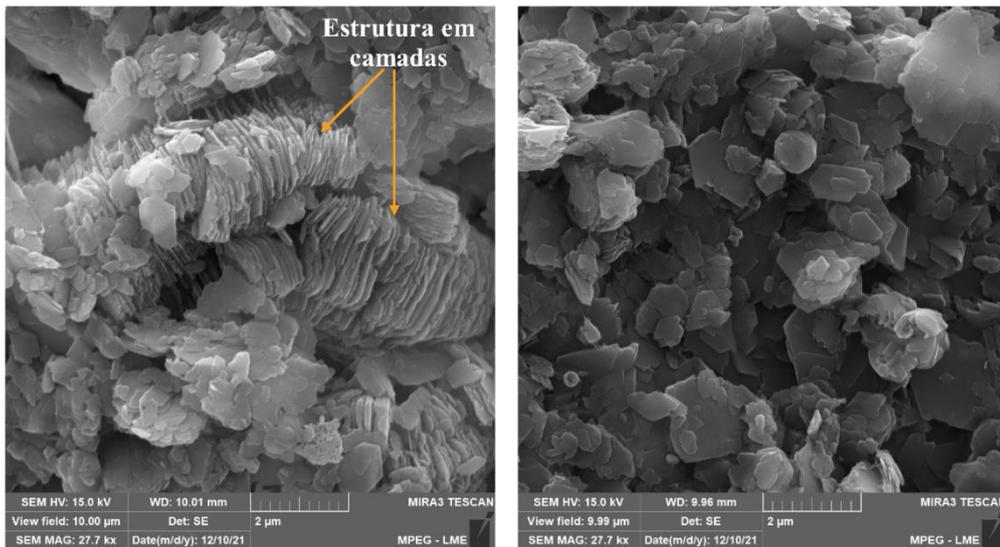
Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.1.3 Análise morfológica.

De acordo com Ray e Janos 2004 a caulinita é classificada como um mineral de argila do tipo 1:1, formado por duas camadas conectadas por um oxigênio apical. Uma dessas camadas, chamada de camada de siloxano, é composta por tetraedros de silício organizados em uma estrutura hexagonal. A outra camada, semelhante à gibbsita, é constituída por unidades octaédricas de alumínio ligadas a quatro grupos OH e dois átomos de oxigênio. Essas camadas se conectam em forma de folhas, que, por sua vez, podem se empilhar para formar um arranjo

maior, conhecido como “livro de caulinita”. A Figura 36 apresenta esse empilhamento característico, onde várias camadas de caulinita são exibidas. Essas camadas possuem uma relação de aspecto baixa, ou seja, a espessura é pequena em relação ao comprimento.

Figura 36-MEV do caulim



Fonte: Autor, (2024).

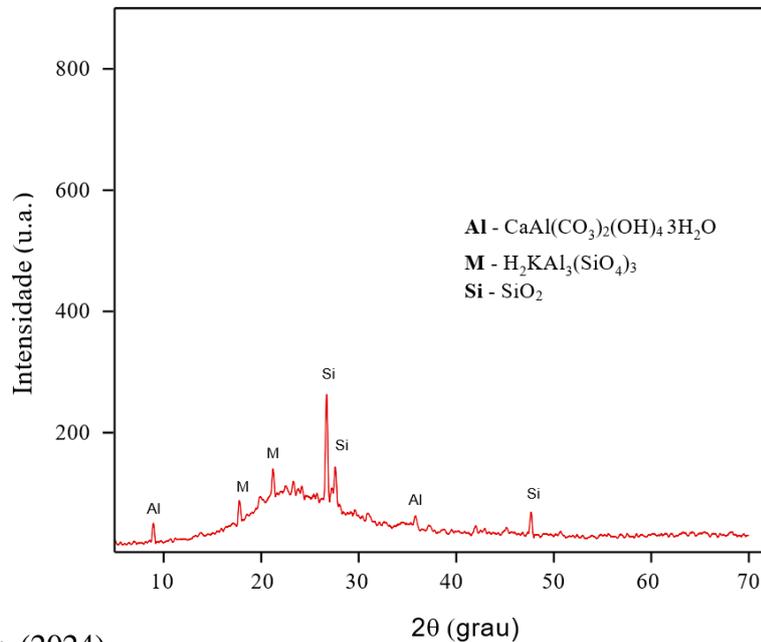
## 4.1.2. Metacaulim

### 4.1.2.1 Análise por difração de raios-X (DRX)

A análise mineralógica do metacaulim, conforme investigações de Lucas (2021) e Porto (2019) por Difração de Raios-X, revelou a ausência de picos intensos a  $2\theta \approx 12,5^\circ$  na Figura 37, indicando uma perda de cristalinidade e a não detecção de picos característicos da caulinita. O difratograma também possibilitou a identificação da metacaulinita, evidenciada pela redução na intensidade dos picos característicos da caulinita, devido à remoção dos grupos hidroxila.

Os resultados do DRX atestam a eficácia da calcinação a  $750^\circ\text{C}$ , garantindo uma reação de geopolimerização quando o metacaulim é ativado por um agente alcalino. Ademais, observou-se no metacaulim uma ampla série de picos difratométricos na faixa de  $15^\circ$  a  $30^\circ$ , sugerindo a presença de componentes amorfos, que são predominantemente responsáveis pela reatividade das matérias-primas.

Figura 37-Difratometria do Metacaulim.

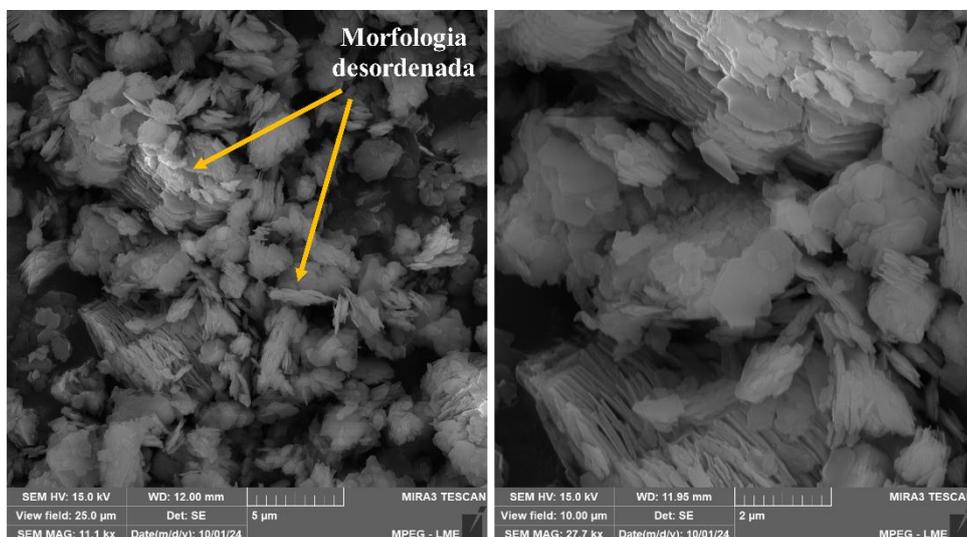


Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.2.2 Análise morfológica.

O caulim tem o formato de placas hexagonais empilhadas uma após a outra. As plaquetas de metacaulim resultantes do tratamento térmico do caulim têm morfologia semelhante, porém mais desordenada, e plaquetas mais individualizadas (Figura 38). Essas observações revelam que o tratamento térmico do caulim a  $750^\circ\text{C}$  por 2 hora resulta em desidroxilação e desorganização da estrutura cristalina do material sem uma mudança significativa na morfologia das plaquetas de caulinita.

Figura 38-MEV de metacaulim ( $750^\circ\text{C}$  por 2 horas)



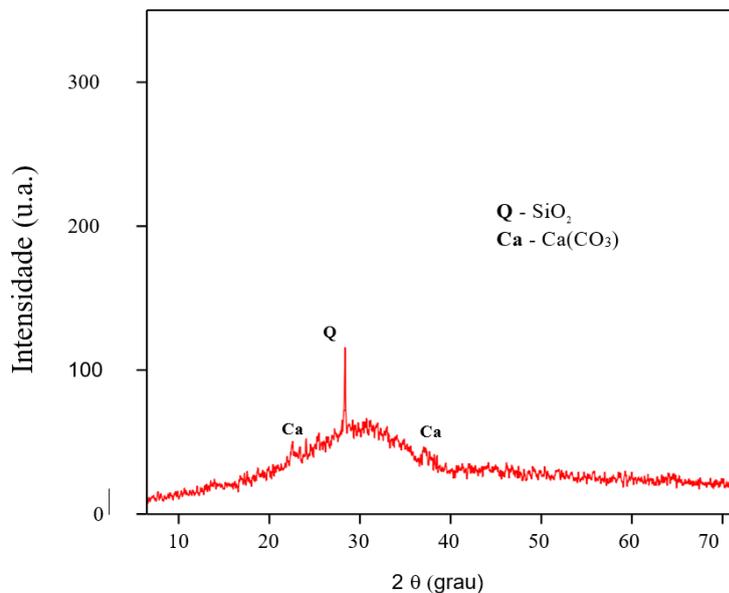
Fonte: Autor, (2024).

### 4.1.3. Escória de Alto Forno

#### 4.1.3.1 Análise por difração de raios-X (DRX)

A análise mineralógica da escória de alto forno, conduzida por difratometria de raios-x é ilustrada na Figura 39, revela picos de cristalinidade relacionados a quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) e calcita ( $\text{CaCO}_3$ ). Notavelmente, o quartzo apresenta um pico mais intenso em comparação com a calcita, conforme indicado por Pimentel (2019). Porto (2019) observa que a maior parte do material se encontra em estado amorfo, atribuindo isso à origem como resíduo do ferro gusa, sugerindo que a sílica presente na escória é amorfa. Segundo os estudos dos autores, destaca-se que o pico de cálcio desempenha um papel na melhoria da resistência à compressão do geopolímero. Os padrões de difração de raios-x (DRX) da escória de alto forno revelaram picos principais em  $21^\circ$ ,  $29,4^\circ$  e  $46^\circ$ , associados ao quartzo e à calcita, respectivamente.

Figura 39-Difração de Raios-X da Escória de Alto Forno.



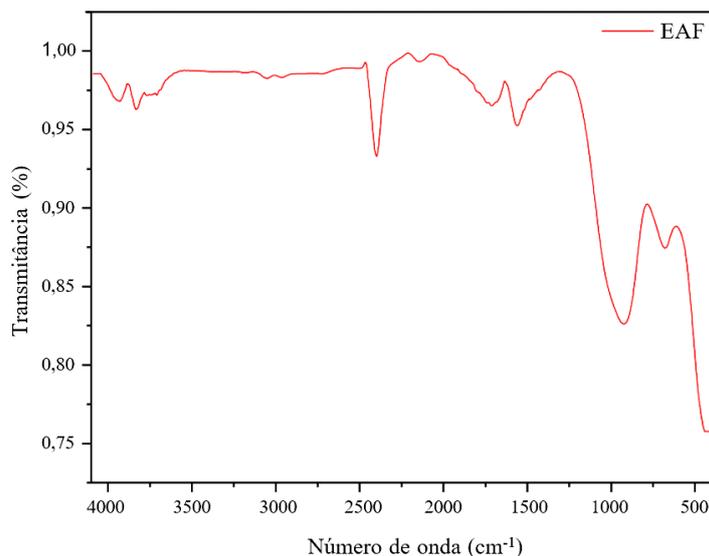
Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.3.2 Análise por espectroscopia FTIR

Com base na análise dos espectros de FTIR das amostras de escória de alto forno, a Figura 40 revela duas bandas distintas com picos em  $1437$  e  $876\text{ cm}^{-1}$ , indicativas das vibrações da calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), evidenciando a presença de carbonato de cálcio na escória. Foi possível identificar ainda duas bandas em  $1424$  e  $874\text{ cm}^{-1}$  associadas à calcita. Esses resultados estão em conformidade com os dados obtidos por DRX, os quais corroboram a presença de cálcio em

diferentes fases, inclusive na forma de calcita. Essas descobertas estão alinhadas com as conclusões da literatura, conforme relatado por Silva (2015), confirmando a incorporação de cálcio na estrutura da escória.

Figura 40-Espectroscopia do Infravermelho da EAF.



Fonte: Autor, (2023).

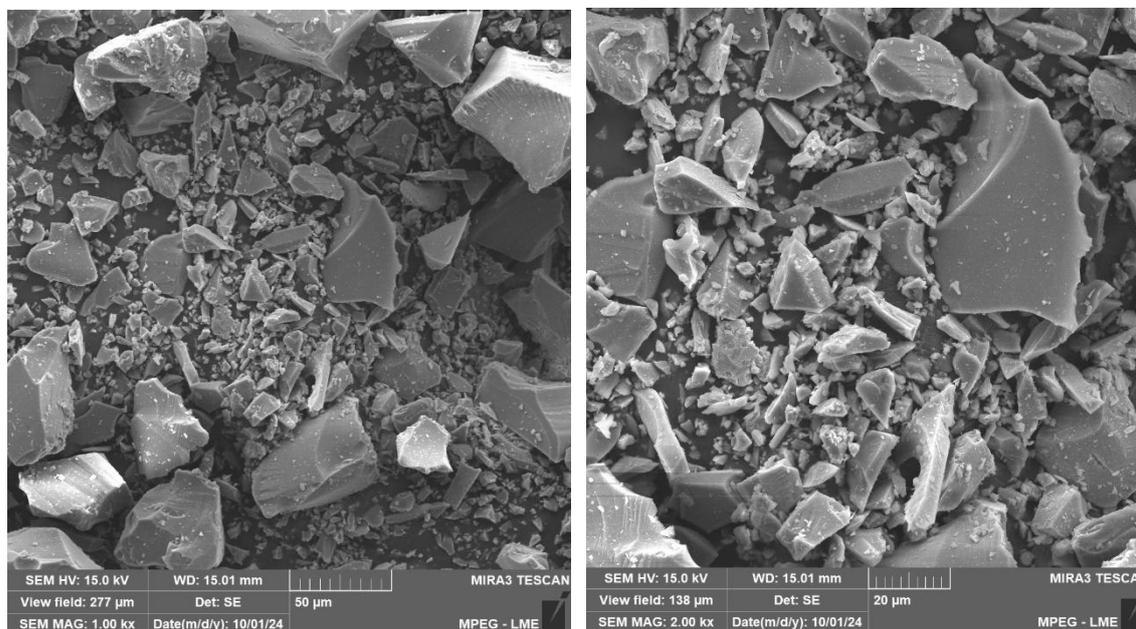
#### 4.1.3.3 Análise morfológica.

Com base nos estudos de Alharbi et al. (2020) e complementado por Zawrah et al. (2016), a escória de alto-forno, analisada por meio de (MEV) nas ampliações de 1.00 e 2.00 kX respectivamente (Figura 41), apresenta uma textura irregular caracterizada por áreas vítreas e fases cristalinas. A combinação de superfícies lisas, típicas de regiões amorfas, com superfícies rugosas marcadas por poros e fissuras causadas pelo resfriamento rápido, reflete sua natureza heterogênea. Este comportamento foi reforçado pela identificação de partículas de morfologia angular e arredondada, representando, respectivamente, fraturas mecânicas e resfriamento acelerado. A aderência de partículas menores a superfícies maiores, observada durante o resfriamento ou manuseio, sugere processos de agregação.

Zawrah et al. (2016) em suas pesquisas observaram que a morfologia da escória inclui partículas angulares de tamanho variado, com distribuição heterogênea e textura não uniforme. Essa variabilidade estrutural, associada à presença de fases cristalinas como silicatos de cálcio e aluminosilicatos, demonstra uma complexidade química e microestrutural semelhante ao descrito por Alharbi et al. (2020). No caso de materiais ativados, os estudos revelaram o surgimento de fases como C-S-H e hidrotalcita, indicando uma maior reatividade em comparação com a escória não ativada.

Portanto, as características estruturais e químicas da escória, conforme descritas por ambos os autores, destacam sua aplicabilidade em sistemas ativados alcalinamente, oferecendo vantagens como maior reatividade e propriedades mecânicas superiores.

Figura 41-MEV Escória de Alto Forno.



Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.4 Micropartículas de vidro

##### 4.1.4.1 Análise por fluorescência de raios X

A análise de fluorescência de raios X (FRX) apresentada na Tabela 4 permite discutir as composições químicas do vidro de garrafa e do vidro de borossilicato em relação ao uso de suas micropartículas na síntese de geopolímeros. O vidro de garrafa se caracteriza por um maior teor de óxidos alcalinos, como  $\text{Na}_2\text{O}$  (12,14%) e  $\text{CaO}$  (11,60%), típicos de vidros soda-lime. Além disso, apresenta traços de óxidos como  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  e  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , que podem influenciar suas propriedades mecânicas e químicas. No entanto, o baixo teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (1,61%) pode limitar sua capacidade de formar redes aluminosilicáticas, essenciais para a estruturação de geopolímeros, sendo necessária a adição de fontes externas de alumínio, como o metacaulim.

Por outro lado, o vidro de borossilicato se destaca pelo alto teor de  $\text{SiO}_2$  (79,02%), fundamental para a formação de redes tridimensionais de geopolímeros, e pela presença significativa de  $\text{B}_2\text{O}_3$  (13%), que contribui para sua alta resistência térmica e química. Apresenta também uma quantidade moderada de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (2,23%), o que, segundo Guo et al. (2020), pode favorecer a formação de estruturas geopoliméricas. Além disso, possui um teor reduzido de

óxidos alcalinos ( $\text{Na}_2\text{O} = 6,02\%$  e  $\text{CaO} = 0,20\%$ ), o que confere maior estabilidade térmica, embora possa diminuir sua reatividade inicial.

Na síntese de geopolímeros, o vidro de garrafa, devido ao maior teor de óxidos alcalinos, tende a apresentar maior reatividade em soluções alcalinas, favorecendo a dissolução inicial de sílica e alumina. No entanto, o baixo conteúdo de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pode limitar a formação de redes estruturais, o que pode ser compensado com a adição de outras fontes ricas em alumínio. Já o vidro de borossilicato, com seu alto teor de  $\text{SiO}_2$  e a presença de  $\text{B}_2\text{O}_3$ , é mais promissor para aplicações que exigem resistência térmica e química, além de ter maior capacidade de formar redes densas e duráveis (CHRISTIANSEN, 2013). Conforme destacado por Xiao et al. (2020), a composição química do vidro, rica em sílica, favorece a formação de geopolímeros densos e com alta resistência mecânica. O estudo demonstrou que o vidro de garrafa, quando combinado com fontes ricas em alumínio, pode produzir uma matriz geopolimérica com propriedades mecânicas superiores, devido à formação simultânea de géis N-A-S-H e C-A-S-H, que contribuem para a densidade e resistência da matriz geopolimérica.

Com base nos resultados da FRX, tanto o vidro de garrafa quanto o de borossilicato se apresentam como alternativas adequadas para aplicações na síntese de geopolímeros. O vidro de garrafa, por ser mais econômico, pode ser uma opção vantajosa para aplicações gerais.

Tabela 4-Composição química do vidro de garrafa e Borossilicato.

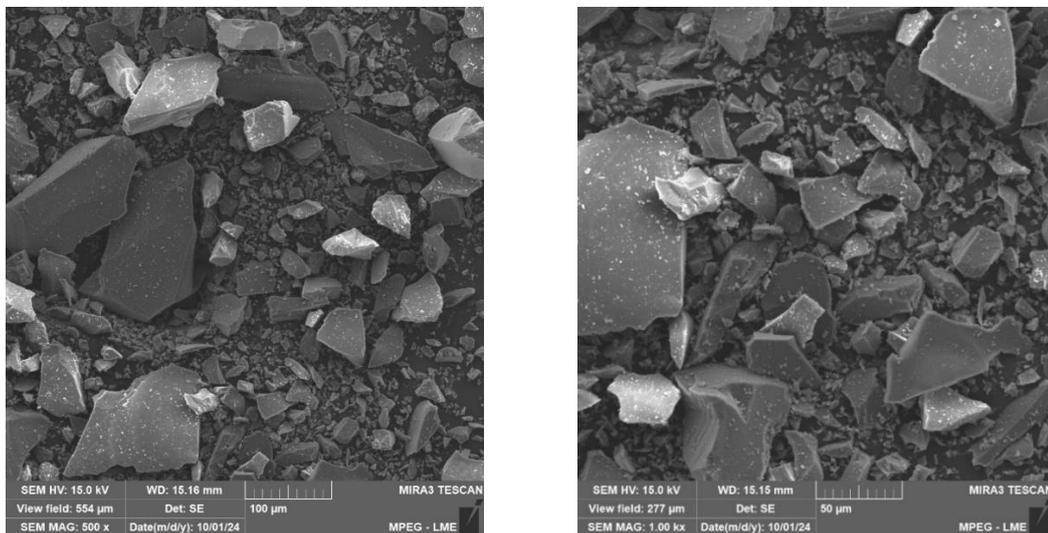
ÓXIDOS (%)	Material	
	Vidro de garrafa	Borossilicato
$\text{SiO}_2$	72,88	79,02
$\text{Na}_2\text{O}$	12,14	6,02
$\text{CaO}$	11,60	0,2
$\text{Al}_2\text{O}_3$	1,61	2,23
$\text{B}_2\text{O}_3$	-	13
$\text{MgO}$	0,58	0,90
$\text{K}_2\text{O}$	0,45	-
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,38	-
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	0,19	-
$\text{TiO}_2$	0,07	-
$\text{SrO}$	0,03	-
$\text{BaO}$	0,02	-
$\text{ZrO}_2$	0,02	-
$\text{Cl}$	0,01	-

Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.4.2 Análise morfológica.

A Figura 42 refere-se à micrografia do vidro de borossilicato moído em moinho de bolas. As partículas apresentam uma textura heterogênea, caracterizada por superfícies irregulares que refletem a fragmentação mecânica do material. Observam-se áreas lisas, típicas de sua natureza vítrea, e regiões rugosas ou com bordas afiadas, resultantes das fraturas geradas pelo processo de moagem. A morfologia das partículas é variada, predominando fragmentos angulares e irregulares devido à fratura frágil, enquanto algumas partículas podem apresentar formas mais arredondadas, especialmente após períodos prolongados de moagem, quando o desgaste abrasivo se torna mais significativo. Estruturalmente, o vidro borossilicato é um material amorfo, sem ordenamento cristalino, e a superfície pode exibir fissuras ou defeitos estruturais decorrentes do impacto das esferas durante a moagem. Além disso, o material apresenta uma distribuição granulométrica diversificada, com partículas menores frequentemente aderindo às maiores, sugerindo aglomeração ou formação de pó fino, influenciada pelas condições e pela duração do processo de moagem.

Figura 42-MEV do vidro de Borossilicato



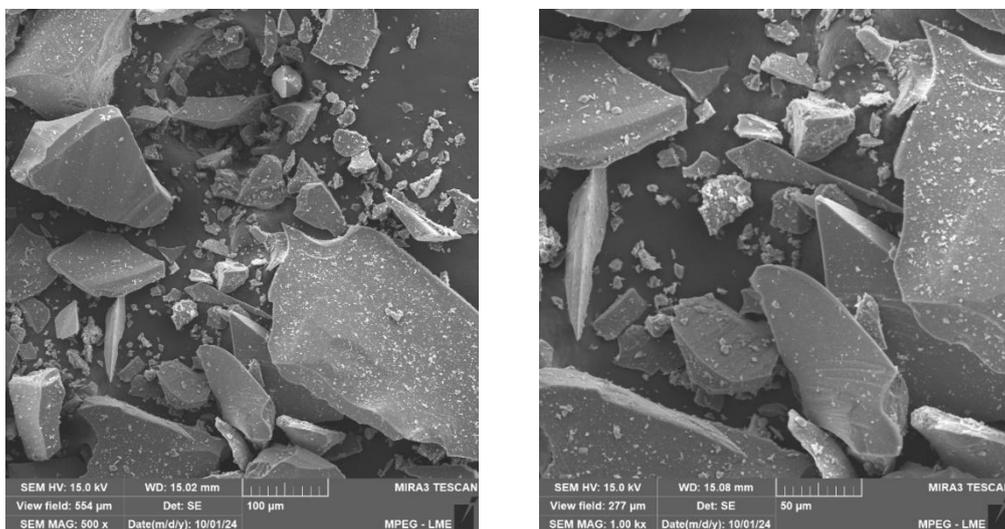
Fonte: Autor, (2024).

As micrografias na Figura 43 são das partículas de vidro de garrafa processadas em moinho de bolas. A morfologia é marcada por bordas irregulares, típicas de materiais fragmentados mecanicamente, com uma distribuição heterogênea de tamanhos de partículas, variando desde pequenos fragmentos até pedaços maiores. A textura das partículas é predominantemente áspera e rugosa, resultado das fraturas causadas pelos impactos no processo de moagem. No

entanto, algumas partículas exibem superfícies relativamente mais lisas, possivelmente devido ao desgaste abrasivo durante a moagem prolongada. O formato das partículas é majoritariamente angular, com algumas apresentando contornos arredondados, indicando um processo de abrasão parcial. Essas características refletem a natureza do processamento mecânico pelo moinho de bolas, que combina impacto e atrito na redução do tamanho das partículas.

Estudos anteriores, como o de Sheng et al. (2024), que investigou a influência do pó de vidro residual na imprimibilidade e nas propriedades mecânicas do concreto geopolimérico impresso em 3D, e de Gimenez-Carbo et al. (2021), revelam que micropartículas de vidro processadas em moinhos de bolas geralmente exibem formas angulares, irregulares e superfícies lisas. Esses estudos mostraram que o pó de vidro residual possui uma alta relação de aspecto e uma superfície mais lisa. Durante a geopolimerização, o aumento da área superficial do pó de vidro facilita a rápida dissolução de sílica em soluções alcalinas, resultando na formação de uma superfície rugosa com características dimensionais específicas. Essas características são vantajosas para melhorar as propriedades mecânicas do concreto endurecido (SALAHADDIN et al., 2022).

Figura 43-MEV do vidro de Garrafa



Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.4.3 Distribuição Granulométrica

A análise granulométrica das micropartículas de vidro de garrafa foi realizada, e os resultados são apresentados em um gráfico na Figura 44, que correlaciona a densidade de volume (%) com o tamanho das partículas ( $\mu\text{m}$ ). O gráfico revela distribuições distintas para diferentes faixas de tamanho, abrangendo partículas de 1 a 310  $\mu\text{m}$  (NC), < 38  $\mu\text{m}$ , 38-45  $\mu\text{m}$ , 45-75  $\mu\text{m}$  e 75-180  $\mu\text{m}$ . Cada faixa apresenta uma curva de densidade característica, indicando a predominância de partículas em determinados intervalos.

As partículas menores que 38  $\mu\text{m}$  exibem uma distribuição concentrada em tamanhos pequenos, com um pico de densidade significativo nessa faixa, sugerindo um alto grau de fragmentação. Esse resultado foi obtido com rotação de 400 rpm, razão massa/bola de 1:20 e tempo de moagem de 30 minutos, garantindo uma moagem eficiente e uniforme.

Já as partículas nas faixas de 38-45  $\mu\text{m}$  e 45-75  $\mu\text{m}$  apresentam distribuições mais restritas e bem definidas, evidenciando uma seleção mais precisa dos tamanhos. Esses intervalos foram alcançados utilizando rotação de 400 rpm, razão massa/bola de 1:10 e tempo de moagem de 20 minutos, resultando em uma fragmentação controlada e reduzindo a presença de partículas ultrafinas.

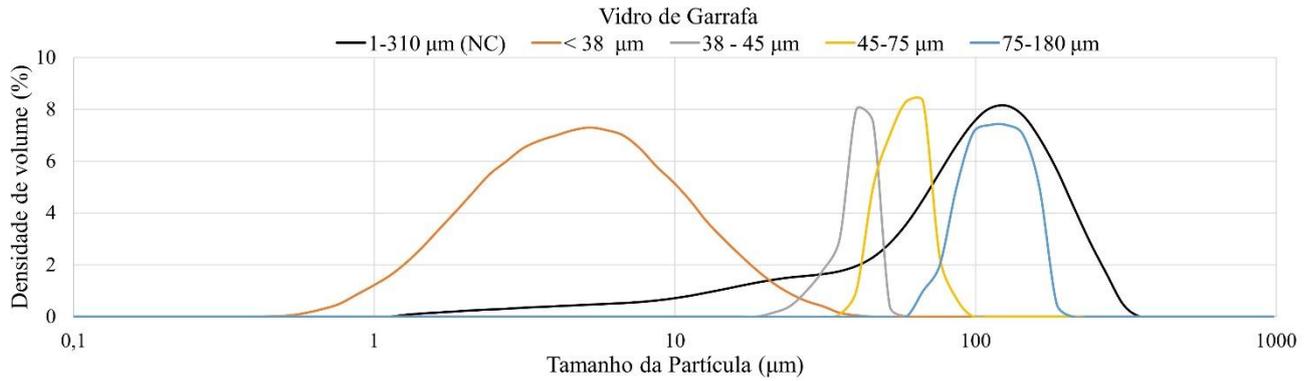
Em contraste, as partículas na faixa de 75-180  $\mu\text{m}$  apresentam uma curva de densidade mais ampla, indicando maior heterogeneidade em relação às partículas menores. Esse resultado está associado a um processo de moagem menos intenso, com rotação de 170 rpm, razão massa/bola de 1:5 e tempo de moagem de 90 min, promovendo apenas a quebra inicial das partículas sem uma redução expressiva no tamanho médio.

A importância de faixas granulométricas bem definidas é corroborada por estudos como o de Ziejewska et al. (2023), que demonstram que a inclusão de partículas menores de vidro reciclado (0,1–40  $\mu\text{m}$ ) promove reações pozolânicas mais eficazes, aumentando a resistência à compressão e a área superficial específica do material. Esses achados ressaltam a relevância de granulometrias controladas para maximizar o desempenho estrutural e a aplicabilidade dos geopolímeros, alinhando-se aos resultados apresentados.

Além disso, Khater e Ghareeb (2023) destacam que a incorporação de nanopartículas de vidro reciclado, com tamanhos entre 35 e 125 nanômetros, melhora significativamente as propriedades mecânicas e térmicas dos geopolímeros, especialmente com substituições de até 7%. Os autores também apontam a formação de uma matriz mais homogênea e estável frente a altas temperaturas, evidenciando o papel crucial das partículas finas na otimização do desempenho estrutural e térmico desses materiais.

Esses resultados permitem inferir que o processo de moagem e classificação granulométrica resultou em uma ampla gama de tamanhos, com predominância de partículas pequenas e bem classificadas em determinadas faixas. A análise é essencial para avaliar as propriedades físicas e a aplicabilidade das micropartículas de vidro em diferentes contextos.

Figura 44- Gráfico de distribuições para diferentes faixas granulométricas.

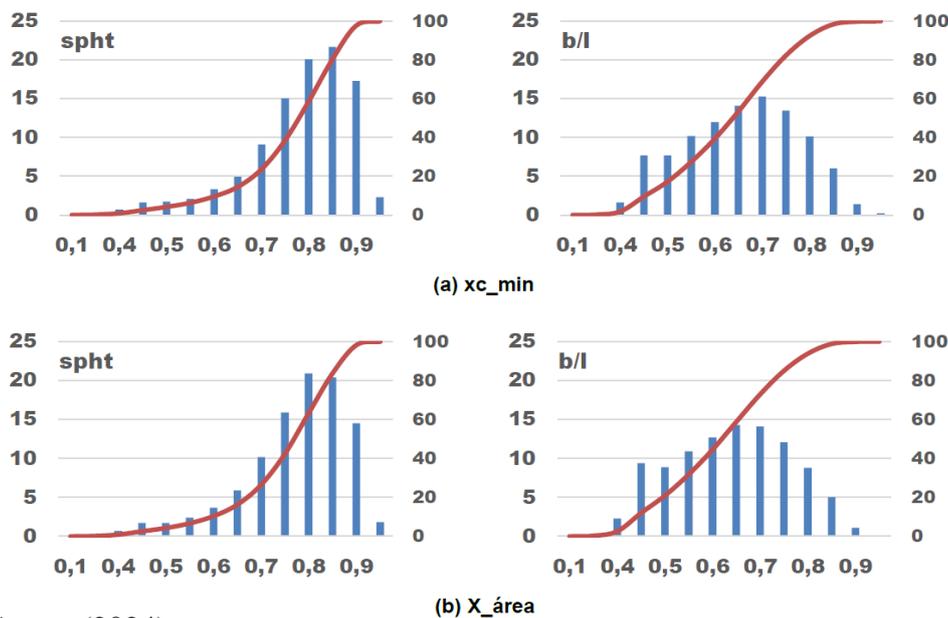


Fonte: Autor, (2024).

#### 4.1.4.4 Análise da Esfericidade

A esfericidade das partículas é uma característica crucial que influencia diversas propriedades físicas e químicas dos materiais. Neste estudo, foi utilizado a técnica de análise de imagens dinâmica para avaliar a esfericidade das micropartículas de vidro. Os gráficos obtidos fornecem uma visão detalhada da distribuição das partículas em relação às métricas de esfericidade (SPHT) e forma (b/l) (Figura 45).

Figura 45-Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l)



Fonte: Autor, (2024).

Os gráficos apresentados mostram a distribuição das micropartículas de vidro em diferentes intervalos de forma. A métrica SPHT é utilizada para avaliar a esfericidade das partículas, enquanto a razão  $b/l$  (largura/comprimento) fornece informações sobre a forma das partículas.

Os gráficos indicam que há uma concentração significativa de partículas em valores altos de SPHT, sugerindo que muitas partículas são esféricas. No entanto, a presença de uma distribuição ampla indica que também há partículas com diferentes graus de esfericidade.

A métrica  $b/l$  mostra que a maioria das partículas possui valores próximos de 1, indicando uma forma mais esférica. Partículas com valores menores de  $b/l$  são mais alongadas, e a presença dessas partículas sugere uma variedade de formas.

A moagem em moinho de bolas é um processo amplamente utilizado para reduzir o tamanho das partículas e modificar suas formas. Durante a moagem, as partículas são submetidas a forças de impacto e atrito, o que pode resultar em partículas mais esféricas. A esfericidade das partículas moídas em moinho de bolas pode ser influenciada por diversos fatores, como a duração da moagem, a velocidade do moinho e o tipo de material utilizado como meio de moagem (RODRIGUES, 2015; FONSECA; SOUSA; FILHO, 2014).

A forma e a esfericidade das partículas influenciam a reatividade das partículas e a formação da matriz geopolimérica. Partículas mais esféricas tendem a ter uma área de superfície específica menor em comparação com partículas alongadas. Isso pode resultar em uma reatividade menor, pois há menos área de superfície disponível para a reação (ULUSOY et al., 2003; XIU et al., 2020).

Segundo Buckland et al. (2021), o uso de métodos avançados de análise, como a análise de imagem dinâmica (DIA), permite a caracterização simultânea dessas métricas em partículas de formas altamente irregulares, como as micropartículas de vidro. O estudo demonstrou que partículas alongadas, avaliadas por métricas como a razão  $b/l$ , tendem a apresentar comportamentos diferentes em processos de sedimentação, compactação e distribuição em matrizes, quando comparadas a partículas mais esféricas. Essas diferenças têm implicações diretas na densidade e na homogeneidade das matrizes em que as partículas são incorporadas, afetando propriedades como porosidade, empacotamento e resistência mecânica.

Além disso, Buckland et al. (2021) evidenciou que partículas não esféricas, como as típicas de cinzas vulcânicas e microvidros, apresentam maior área superficial e maior complexidade geométrica, o que pode influenciar negativamente a dispersão e a uniformidade da matriz final. Para partículas com alta irregularidade, as métricas de forma tornam-se ainda mais relevantes, pois ajudam a prever o comportamento das partículas em diferentes contextos, desde aplicações industriais até estudos ambientais e geológicos.

A esfericidade das partículas pode afetar a densidade e a homogeneidade da matriz geopolimérica. Partículas mais esféricas podem levar a uma matriz mais densa e uniforme, enquanto partículas alongadas podem resultar em uma matriz menos densa e mais heterogênea (JIANG et al., 2020; MOTA DOS SANTOS, 2021; SALEH; KEMAL; RAMYAR, 2015).

A análise dos gráficos de esfericidade das micropartículas de vidro revela uma distribuição variada de formas, com uma predominância de partículas esféricas. A moagem em moinho de bolas pode aumentar a esfericidade das partículas, influenciando assim as reações de geopolimerização. A esfericidade das partículas desempenha um papel crucial na reatividade e na formação da matriz geopolimérica, impactando diretamente as propriedades finais dos geopolímeros.

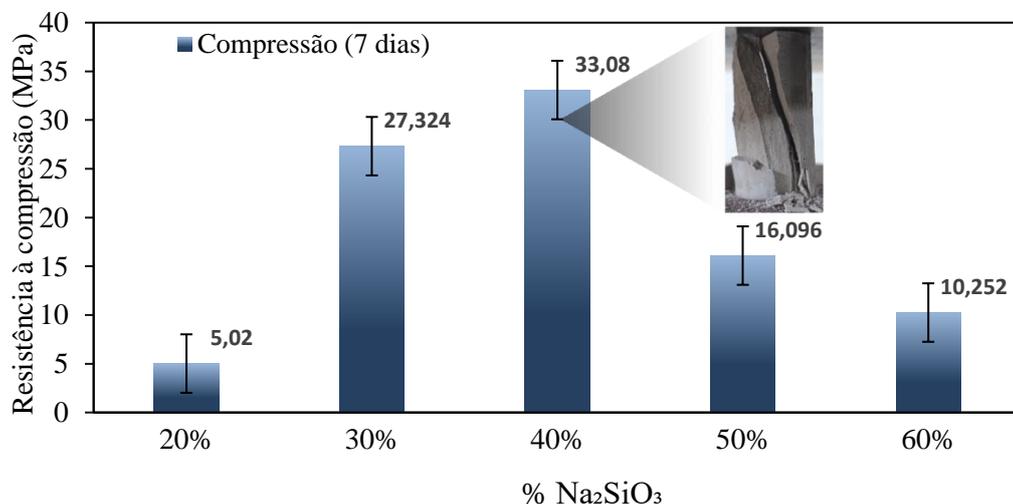
## 4.2 AVALIAÇÃO PRELIMINAR DA PASTA GEOPOLIMÉRICA PADRÃO.

### 4.2.1 Solução ativadora controle: Efeito do teor de $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ na resistência à compressão e microestruturas dos geopolímeros.

Para a sondagem inicial sobre o efeito do teor de silicato de sódio utilizado na solução ativadora e como forma de pré-requisito para encontrar a melhor formulação variou-se o percentual em massa do silicato em 20%, 30%, 40%, 50% e 60%, mantendo-se a concentração da solução de NaOH em 5 M e um volume fixo de água.

Na Figura 46, são apresentados os resultados da resistência à compressão dos corpos de prova (CPs) de pasta geopolimérica, com uma idade de cura de 7 dias.

Figura 46- Estudo de resistência a compressão das pastas geopoliméricas com as variações em percentuais de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ .



Fonte: Autor, (2024).

O gráfico da Figura 46 ilustra a variação do percentual do silicato de sódio nas pastas geopoliméricas, apresentando resultados significativos na resistência à compressão. Nos percentuais entre 30% e 40%, observou-se um aumento na resistência, alcançando o melhor percentual em 40% do aditivo com resistência de 33,08 MPa. Ressalta-se também, que os percentuais acima de 50% e 60 % de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , apresentaram uma redução na resistência mecânica alcançando 16,1 e 10,3 MPa respectivamente.

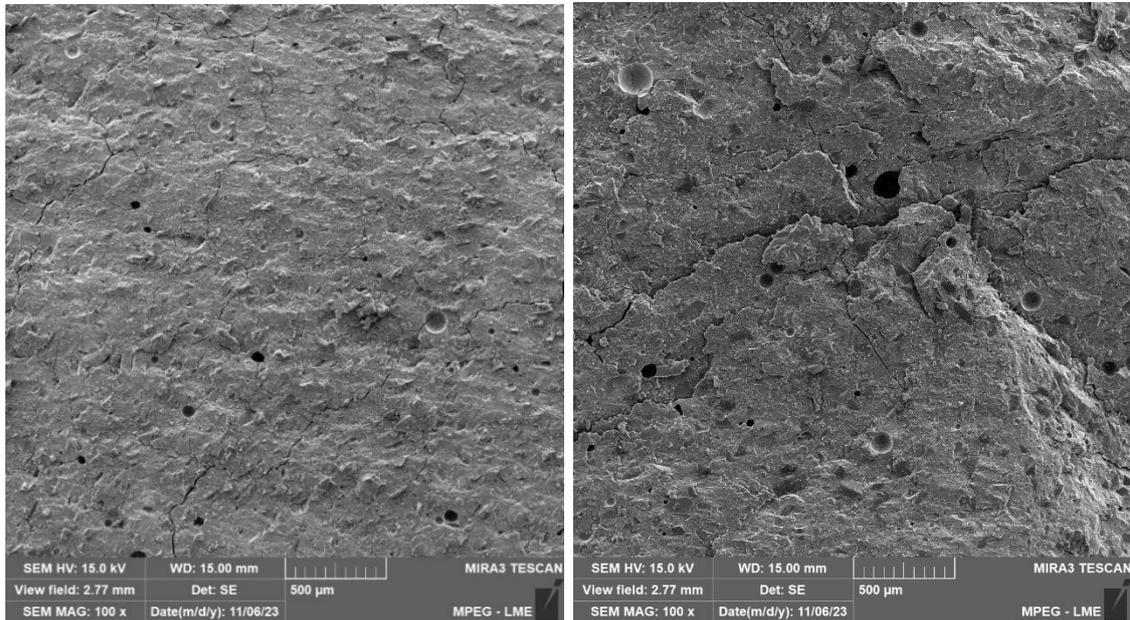
O estudo de Peng Zhang et al. (2023) destaca que a proporção de silicato de sódio influencia diretamente as propriedades mecânicas dos geopolímeros. Valores baixos de resultam em polimerização incompleta, enquanto valores altos geram produtos indesejados, comprometendo a densidade da matriz. A resistência à compressão foi máxima de 40,2 MPa com proporção de silicato de sódio de 0,7, demonstrando que o equilíbrio desse aditivo é essencial para otimizar a estrutura e a resistência dos geopolímeros.

Em conformidade, Segura et al. (2022) observou que a adição de silicato de sódio contribui para o aumento da resistência até um valor ideal de composição. A máxima resistência à compressão (35,3 MPa após 7 dias e 44,1 MPa após 28 dias) foi alcançada com uma proporção molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  de 3,14 e uma razão água/sólidos de 0,51. No entanto, o excesso de silicato de sódio (proporção molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  acima de 3,5) levou à redução da resistência devido à formação de fases Al-Si precipitadas, que impedem a estruturação eficiente do material geopolimérico.

#### **4.2.2 Análise da Microestrutura do Geopolímero Padrão**

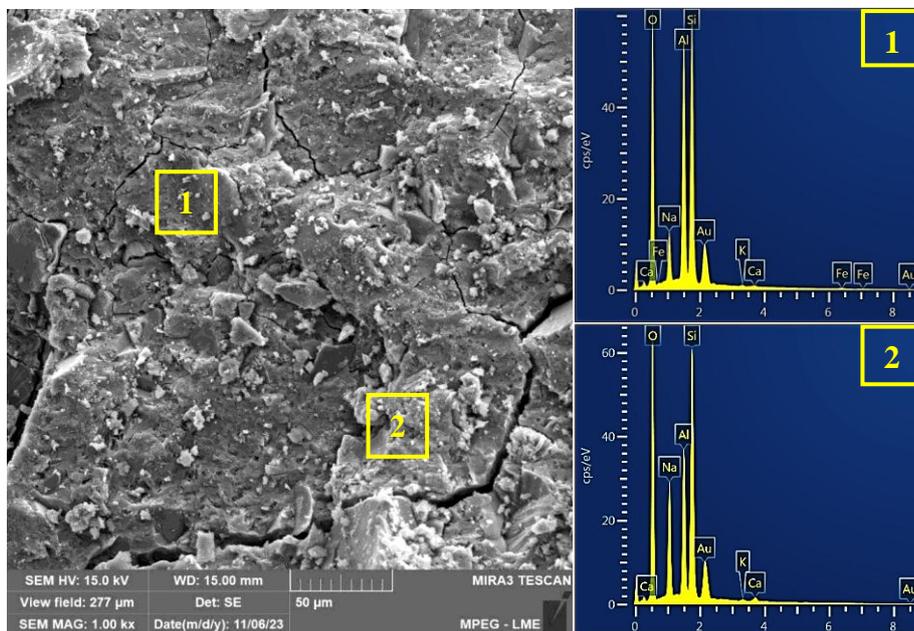
A seguir a Figura 47 refere-se a microestrutura da pasta geopolimérica que apresentou maior resistência à compressão (40% de aditivo). A Figuras 48 demonstra a análise por EDS com representação dos principais elementos químicos encontrados na pasta geopolimérica.

Figura 47- Micrografia do geopolímero com 40% de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Aumento de 100x



Fonte: Autor, (2024).

Figura 48- Análise de EDS para o geopolímero padrão.



Fonte: Autor, (2024)

A partir da análise microestrutural da pasta geopolimérica com 40% de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  ( Figura 47 ) é possível observar uma superfície relativamente lisa e densa com poros, distribuídos não equidistantes, que podem ter sido ocasionados por aprisionamento de bolhas de ar durante o

processo de síntese . A superfície também mostra microfissuras na superfície do material possivelmente surgindo durante o processo de cura ou devido ao ensaio de compressão do CP.

Na Figura 48, a análise de composição química por EDS identifica os elementos que estão presentes na amostra, destacando os picos mais altos correspondentes a alumínio, silício e oxigênio. Esses elementos são significativos pois indicam a ocorrência da reação de geopolimerização, resultando na formação do gel NASH (sódio-alumínio-silicato hidratado), que é essencial para a estrutura do geopolímero. No estudo de Wang et al. (2021), a análise de EDS foi fundamental para correlacionar a composição química do geopolímero com seu desempenho mecânico. Os resultados confirmaram que os elementos predominantes, como silício, alumínio e oxigênio, são essenciais para a formação do gel NASH, o principal responsável pela resistência e estabilidade estrutural do material. A análise também validou as razões molares ideais de  $Si/Al = 1,90$  e  $Na/Al = 0,73$ , que resultaram no melhor desempenho do geopolímero. Além disso, identificou que o excesso de sódio, associado a razões molares muito elevadas de  $Na/Al$ , levou à formação de fases cristalinas indesejadas, reduzindo a qualidade do gel e, consequentemente, a resistência do material. A homogeneidade na distribuição dos elementos, especialmente silício e alumínio, observada pelo EDS, foi diretamente associada a uma microestrutura mais densa, o que contribuiu para melhores propriedades mecânicas

### **4.3 ESTUDOS DA PASTAS GEOPOLIMÉRICAS COM MICROPARTÍCULAS DE VIDRO**

#### **4.3.1 Efeito da porcentagem de micropartículas de vidro**

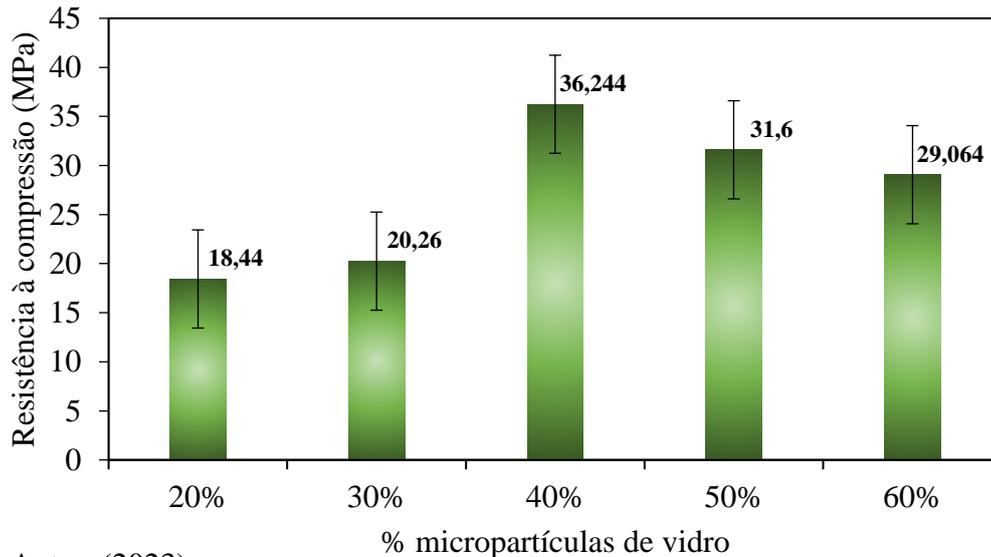
A partir da avaliação preliminar da pasta geopolimérica padrão e considerando a adição de  $Na_2SiO_3$ , que resultou em um maior desempenho à compressão no geopolímero (40% em massa), foi avaliada a influência do teor de micropartículas. Observou-se um aumento na resistência à compressão com a adição de aproximadamente 40% em massa de micropartículas de vidro, utilizando vidro não classificado. A resistência à compressão média do geopolímero com vidro foi de 36,24 MPa. Os resultados da resistência à compressão são mostrados na Figura 49. Houve um aumento de aproximadamente 37% na resistência à compressão em comparação com o material não modificado.

O aumento da resistência à compressão do geopolímero com a adição de micropartículas de vidro pode ser explicado por várias razões. Em primeiro lugar, as micropartículas de vidro podem atuar como um reforço, melhorando a estrutura interna do material ao preencher espaços vazios e criando uma matriz mais densa e sólida. A presença dessas partículas também

pode promover melhorias nas interações químicas durante a cura, resultando em uma maior ligação entre os componentes do geopolímero.

Além disso, o vidro tem propriedades de alta resistência e baixa porosidade, o que pode contribuir para a formação de uma rede de suportes que aumenta a capacidade do material de resistir a forças compressivas.

Figura 49-Valores de resistência à compressão dos corpos de prova.



Fonte: Autor, (2023).

#### 4.3.2 Efeito da ordem de mistura do pó de vidro na resistência à compressão do geopolímero.

A partir da formulação com micropartículas de vidro que apresentou maior resistência a compressão (formulação com 40% em massa do aditivo), quatro pastas geopoliméricas foram sintetizadas adotando diferentes rotas de mistura, como descrito no item 3.2.4.3. Após 7 dias de cura os geopolímeros foram levados à ensaio de compressão, os resultados estão representados na tabela 5.

Tabela 5-Rotas de Mistura

<i>Rota de mistura</i>	<i>Faixa Granulométrica</i>	<i>Compressão (MPa) VG</i>	<i>Compressão (MPa) VB</i>
<i>PM1</i>	38–45 $\mu\text{m}$	0	0
<i>PM2</i>	38–45 $\mu\text{m}$	42,42	40,50
<i>PM3</i>	38–45 $\mu\text{m}$	29,1	27,23
<i>PM4</i>	38–45 $\mu\text{m}$	32,26	30,18

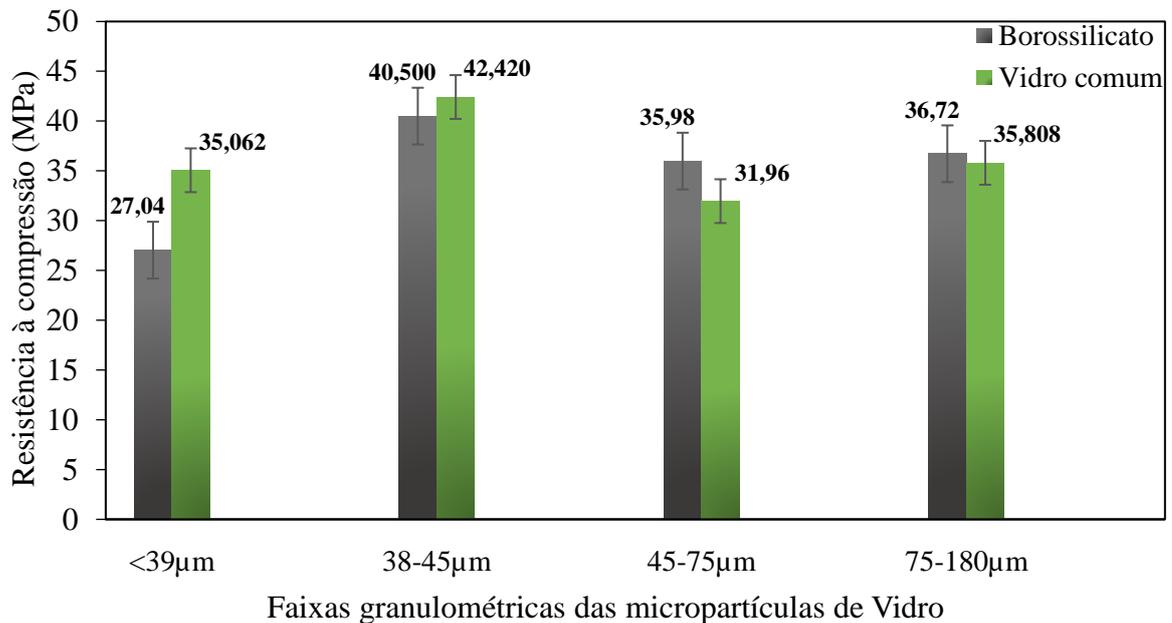
Fonte: Autor, (2024).

O geopolímero sintetizado com a solução ativadora do da rota de mistura 2 destacou-se em desempenho de compressão uniaxial devido à sua configuração específica, que favoreceu a reatividade e a sinergia entre os componentes. Os resultados obtidos (tabela 5) indicam que essa abordagem maximiza a eficiência da reação e melhora as propriedades finais do material, evidenciando a importância da ordem de mistura no processo de geopolimerização.

#### 4.3.3 Efeito das faixas granulométricas das micropartículas de vidro

Para investigar o efeito da distribuição média do tamanho de partículas na resistência à compressão, quatro diferentes distribuições médias de tamanho foram comparadas para dois tipos de vidros, comum de garrafas e vidro de borossilicato. Os gráficos, na figura 50, mostram que as maiores resistências à compressão médias observadas foram de 40,5 e 42,42 MPa para partículas com faixa granulométrica de 38-45  $\mu\text{m}$ , medidas com 7 de cura.

Figura 50-Valores de resistência à compressão dos corpos de prova.



Fonte: Autor, (2024).

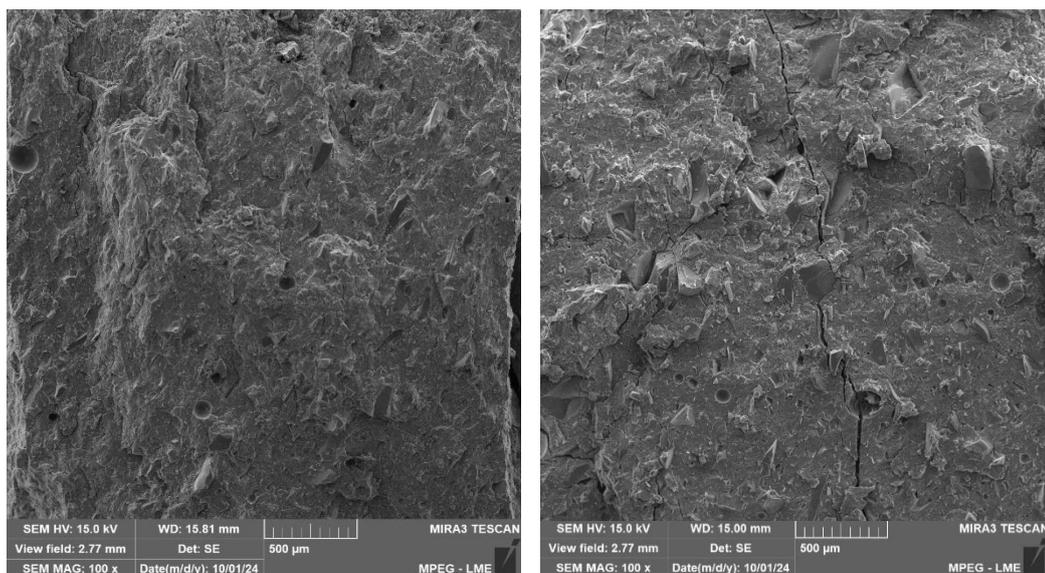
O comportamento da resistência à compressão dos geopolímeros, em função da distribuição média do tamanho das partículas, pode ser explicado por diversos fatores inter-relacionados. Pesquisas indicam que a redução do tamanho das partículas de materiais como cinza volante e metacaulim pode aumentar significativamente a resistência mecânica dos geopolímeros. Estudos realizados por Meideiros et al. (2024) e Li et al. (2024) destacam que a diminuição

do tamanho das partículas, especialmente abaixo de 45  $\mu\text{m}$ , resulta em geopolímeros mais densos, com maior resistência à compressão e uma microestrutura mais homogênea. Isso ocorre devido ao aumento da área de superfície específica, que promove uma melhor reatividade química entre as partículas e os ativadores alcalinos.

Comparativamente, no estudo de Ziejewska et al. (2023), partículas de vidro com tamanho entre 63 e 40  $\mu\text{m}$  resultaram em uma resistência à compressão de 2,4 MPa com 30% de aditivo. Já trabalhos mais amplos, como o de Li et al. (2024), apontam que partículas menores, com tamanhos inferiores a 18  $\mu\text{m}$ , podem proporcionar melhorias ainda mais expressivas na resistência.

A Figura 51 é a micrografia da superfície de geopolímero com micropartículas de vidro na faixa de 38-45  $\mu\text{m}$ . A imagem foi obtida com uma voltagem de 15.0 kV, uma distância de trabalho de 15.81 mm, um campo de visão de 2.77 mm e uma ampliação de 100 vezes.

Figura 51-MEV e com micropartículas de vidro de faixa granulométrica 38-45  $\mu\text{m}$ .



Fonte: Autor, (2024).

A imagem mostra uma superfície rugosa, densa e heterogênea com algumas cavidades e partículas embutidas, o que é relevante para entender a microestrutura e as propriedades mecânicas do geopolímero.

A presença de cavidades e partículas embutidas indica uma distribuição pouco uniforme dos componentes, o que pode influenciar diretamente as propriedades mecânicas e a durabilidade do material. A resistência mecânica do geopolímero modificado foi de 42 MPa, enquanto a do material não modificado foi de 33 MPa. Isso demonstra que a incorporação de micropartículas de vidro na faixa de 38-45  $\mu\text{m}$ , resultou em um aumento de 80% na resistência mecânica do material.

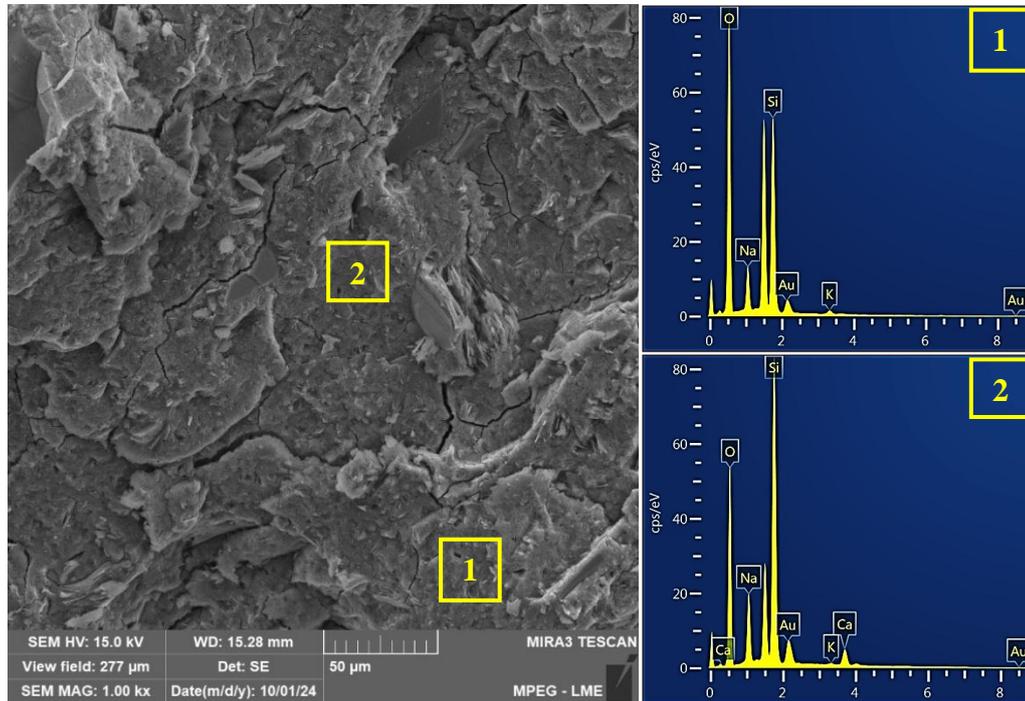
A densificação observada em amostras com tamanhos de partículas na faixa de 38–45  $\mu\text{m}$ , resultando em vazios reduzidos e menos microfissuras, alinha-se com as descobertas de estudos sobre materiais precursores finos. Por exemplo, Li et al. (2024) relataram que a redução dos tamanhos de partículas (por exemplo, cinzas volantes para 18  $\mu\text{m}$ ) aumenta a densidade da matriz e reduz a porosidade, aumentando significativamente a resistência à compressão em até 297% em comparação com partículas maiores. Essa densificação melhora a ligação entre partículas e facilita a formação eficiente de gel geopolímero.

Semelhante ao aumento de poros e microfissuras nas amostras padrão do estudo, Medeiros et al. (2024) destacaram que partículas maiores em geopolímeros de resíduos de tijolos tendem a criar mais microfissuras, o que diminui a resistência mecânica. Eles também correlacionaram essas falhas à menor interação entre as partículas e o gel geopolimérico.

A Figura 52 exibe, em duas áreas específicas da amostra (indicadas como 1 e 2), a análise por EDS do geopolímero contendo 40% em massa de vidro com partículas de tamanho entre 38 - 45  $\mu\text{m}$ . Na área 1, destacam-se os picos de oxigênio (O), silício (Si), sódio (Na). O silício apresenta um dos picos mais elevados, o que é esperado devido à presença de vidro na formulação, sendo este um material rico em sílica ( $\text{SiO}_2$ ). O silício é crucial na estrutura dos geopolímeros, pois participa da formação de redes tridimensionais de aluminosilicatos, que conferem elevada resistência mecânica e estabilidade química ao material. O oxigênio, também com um pico significativo, está relacionado à composição dos óxidos presentes tanto no vidro quanto na matriz geopolimérica, sendo essencial para a formação de ligações químicas na estrutura. O sódio, por sua vez, é um componente típico de ativadores alcalinos, usados para dissolver as fases precursoras e permitir a formação da matriz aluminosilicatada. O pico de ouro é resultado do revestimento metálico aplicado à amostra para torná-la condutiva durante o ensaio no MEV e não faz parte da composição do material.

Na área 2, os picos predominantes continuam sendo de oxigênio e silício, corroborando a predominância de aluminosilicatos no sistema. No entanto, observa-se também a presença de cálcio (Ca) e potássio (K). O cálcio, proveniente do vidro adicionado, pode favorecer a formação de fases secundárias, como o gel C-S-H (silicato de cálcio hidratado), que é conhecido por melhorar as propriedades mecânicas e a durabilidade do material. O potássio, semelhante ao sódio, também pode atuar como um cátion equilibrante, estabilizando as cargas negativas das unidades poliméricas e contribuindo para a consolidação da estrutura.

Figura 52-Análise de EDS para o geopolímero com micropartículas de vidro de faixa granulométrica 38-45  $\mu\text{m}$ .



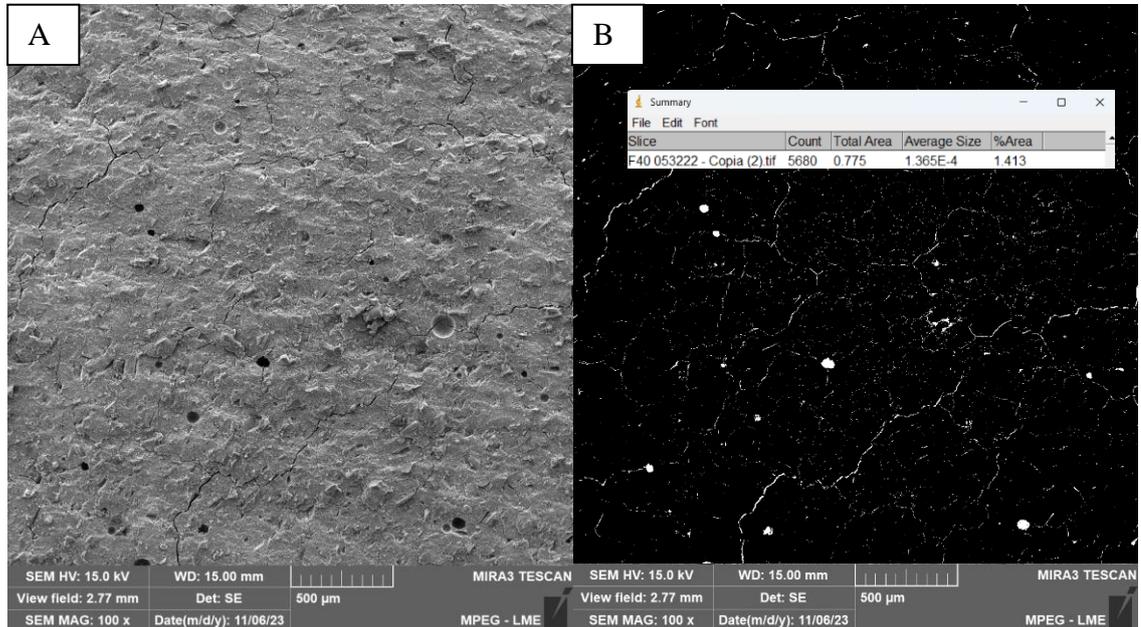
Fonte: Autor, (2024)

#### 4.4 Avaliação da pasta Geopolimérica de maior desempenho

##### 4.4.1 Análise de porosidade via image J

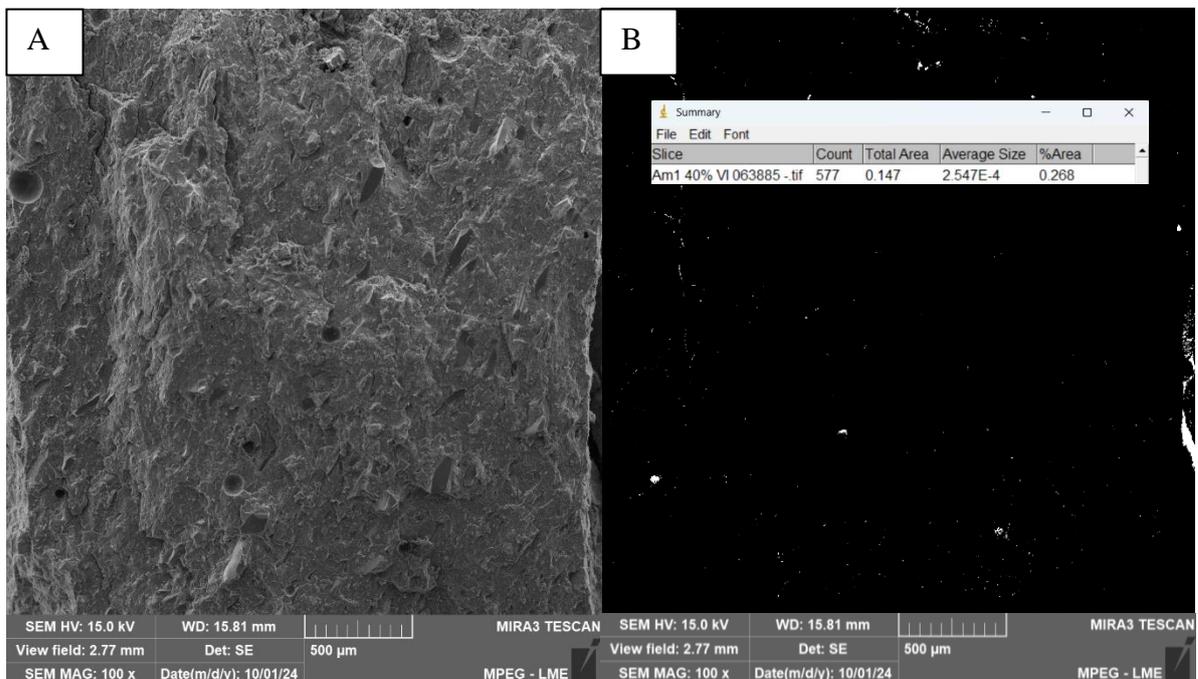
Para realizar a análise quantitativa da porosidade com o auxílio do software ImageJ, foram selecionadas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) referentes ao geopolímero com solução ativadora controle de maior desempenho e com a faixa granulométrica de 38-45  $\mu\text{m}$ . A partir dessas imagens, foram determinados os valores percentuais das porosidades de cada amostra. As imagens de MEV escolhidas apresentavam 100x de magnificação.

Figura 53-A: Imagem de MEV do geopolímero com solução ativadora controle para a qual foi analisada a porosidade. B: Porcentagem da porosidade (“%Area”) delimitada na imagem A, resultando em 1,413%.



Fonte: Autor, (2024).

Figura 54-Imagem de MEV do geopolímero com faixa granulométrica de 38-45 µm de vidro comum para a qual foi analisada a porosidade. B: Porcentagem da porosidade (“%Area”) delimitada na imagem A, resultando em 0,268%.



Fonte: Autor, (2024).

A análise quantitativa da porosidade utilizando o software ImageJ em imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) revelou diferenças significativas entre as amostras de geopolímero com solução ativadora controle. As imagens analisadas, com magnificação de 100x, permitiram a determinação dos valores percentuais de porosidade de cada amostra. A Figura 53 revela que a amostra padrão apresentou uma contagem de poros de 5680, com uma área total de 0,775 e um tamanho médio de  $1.365 \times 10^{-4}$ , resultando em uma porosidade de 1,413 %. Em contraste, na Figura 54 a amostra com aditivo de vidro teve uma contagem de poros de 577, com uma área total de 0,147 e um tamanho médio de  $2.547 \times 10^{-4}$ , resultando em uma porosidade de 0,268 %.

Esses dados indicam que a amostra padrão possui uma porosidade significativamente maior em comparação com o geopolímero modificado. A contagem de poros na amostra padrão é aproximadamente dez vezes maior que na amostra com micropartículas de vidro, e a área total de porosidade também é consideravelmente maior. Isso sugere que o geopolímero não modificado possui uma estrutura mais porosa, o que pode influenciar suas propriedades mecânicas e de desempenho.

A densificação observada em amostras com tamanhos de partículas na faixa de 38–45  $\mu\text{m}$ , resultando em vazios reduzidos e menos microfissuras, alinha-se com as descobertas de estudos sobre materiais precursores finos. Por exemplo, Li et al. (2024) relataram que a redução dos tamanhos de partículas (por exemplo, cinzas volantes para 18  $\mu\text{m}$ ) aumenta a densidade da matriz e reduz a porosidade, aumentando significativamente a resistência à compressão em até 297% em comparação com partículas maiores. Essa densificação melhora a ligação entre partículas e facilita a formação eficiente de gel geopolímero.

Semelhante ao aumento de poros e microfissuras nas amostras padrão do estudo, Medeiros et al. (2024) destacaram que partículas maiores em geopolímeros de resíduos de tijolos tendem a criar mais microfissuras, o que diminui a resistência mecânica. Eles também correlacionaram essas falhas à menor interação entre as partículas e o gel geopolimérico.

A análise da porosidade é crucial para entender o comportamento dos geopolímeros, pois a presença de poros pode afetar a resistência, durabilidade e outras propriedades físicas do material. A maior porosidade na amostra padrão pode sugerir uma menor densidade e potencialmente uma menor resistência mecânica em comparação com a modificada. Por outro lado, a menor porosidade no geopolímero com micropartículas de vidro pode indicar uma estrutura mais densa e resistente.

#### 4.4.2 Determinação da resistência de aderência à tração

Na tabela 6 é possível observar os resultados obtidos no ensaio mecânico para todos os corpos de prova, inicialmente anotando-se os valores obtidos em Newton e convertendo para tensão de aderência.

Tabela 6-Dados do ensaio de resistência de aderência à tração.

<i>Peças</i>	<i>CP1</i>	<i>CP2</i>	<i>CP3</i>	<i>CP4</i>	<i>CP5</i>	<i>CP6</i>	<i>CP7</i>	<i>CP8</i>	<i>CP9</i>	<i>CP10</i>
<b><i>Forma de Ruptura</i></b>	A/P	A/P	A/P	A/P	A/P	S/A	A/P	S/A	A/P	S/A
<b><i>Tensão de Aderência (MPa)</i></b>	0,562	0,568	0,534	0,623	0,644	0,562	0,569	0,571	0,599	0,632

Fonte: Autor, (2024).

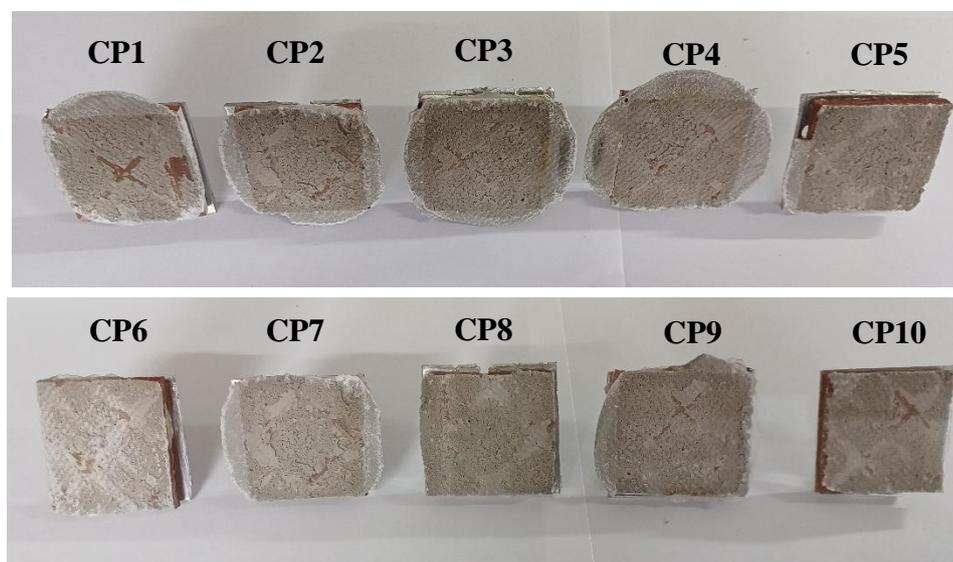
A média das tensões de aderência à tração da pasta geopolimérica, conforme os resultados obtidos, foi de 0,586 MPa, evidenciando um desempenho elevado. Comparando esse valor com argamassas industriais tradicionais, que geralmente apresentam resistências de aderência à tração na faixa de 0,3 a 0,6 MPa (dependendo do tipo e da aplicação, como revestimentos ou adesivos), observa-se que a pasta geopolimérica desenvolvida posiciona-se no limite superior dessa faixa ou ligeiramente acima (BAUER e RAGO, 2001).

Adicionalmente, a análise dos valores individuais de resistência mostra variações relativamente pequenas, oscilando entre 0,534 MPa e 0,644 MPa. Isso sugere que o material apresenta boa consistência, um aspecto positivo em relação a argamassas industriais, que podem apresentar maior dispersão devido a fatores como irregularidade na mistura ou na aplicação.

Estudos como o de Kretzer (2020) também destacam a viabilidade do uso de argamassas geopoliméricas, embora ressaltem a necessidade de ajustes na composição, como a incorporação de aditivos e a adequação da proporção de água, para otimizar propriedades como a resistência de aderência. A conformidade dos ensaios com a norma ABNT NBR 14081-4:2012 reforça a confiabilidade dos métodos empregados e a robustez dos resultados obtidos.

A Figura 55 exibe os tipos de ruptura ocorridos nos ensaios de aderência à tração e revela importantes informações sobre o desempenho da PG em relação à interface com o substrato.

Figura 55- Ruptura dos corpos de prova do ensaio de resistência de aderência à tração.



Fonte: Autor, (2025).

Foram observados dois tipos principais de ruptura: Ruptura na interface argamassa e placa cerâmica (A/P) e Ruptura na interface argamassa e substrato (S/A). A predominância de A/P (registradas em 7 das 10 amostras) indica que, na maioria dos casos, a falha ocorreu na interface entre a PG e o substrato, sugerindo que a resistência da interface foi um fator limitante no desempenho mecânico. Esse tipo de ruptura é característico de materiais em que a força de adesão ainda não supera as propriedades do substrato ou da própria pasta.

Por outro lado, as rupturas do tipo (S/A), observadas nas amostras CP6, CP8 e CP10, mostram que, em alguns casos, a falha ocorreu parcialmente no substrato superficial. Esse comportamento é positivo, pois indica que, nessas situações, a resistência de aderência da pasta foi superior à coesão do próprio substrato. Isso evidencia que a PG possui potencial para se comportar de maneira eficiente em condições específicas, dependendo do tipo e preparo do substrato utilizado.

Como estudado por Kretzer (2020), diversidade nos tipos de ruptura reforça a necessidade de avaliar os parâmetros que influenciam a interação entre a pasta e o substrato, como a rugosidade da superfície, a preparação prévia (limpeza ou aplicação de primer) e a formulação química da pasta geopolimérica. Além disso, a predominância de rupturas A/P sugere que ajustes na formulação, como o aumento da reatividade ou a incorporação de aditivos que promovam maior aderência, podem ser estratégias para melhorar ainda mais o desempenho.

Em comparação com argamassas industriais, que também apresentam predominantemente rupturas adesivas em aplicações de revestimento, o desempenho da pasta geopolimérica pode ser considerado competitivo, especialmente devido à ocorrência de algumas falhas S/A. Essas falhas indicam uma boa interação com o substrato em situações onde há adequada penetração do geopolímero nos poros superficiais do substrato e quando há um equilíbrio favorável entre a retração do material e a tensão de aderência.

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Estudos preliminares sobre a influência do percentual de silicato de sódio nas pastas geopoliméricas mostraram, por meio dos resultados de resistência à compressão, que a melhor composição foi obtida com 40% em massa de aditivo para uma solução de 5M de NaOH. Essa composição resultou em uma pasta com resistência de 33,08 MPa em geopolímeros moldados em corpos de prova cilíndricos, submetidos a ensaio de compressão após 7 dias. Percentuais superiores a esse valor demonstraram um decréscimo na resistência.

Foi verificado um aumento na resistência à compressão com a adição de aproximadamente 40% em massa de micropartículas de vidro, utilizando vidro sem classificação granulométrica. A resistência à compressão média do geopolímero com vidro foi de 36,24 MPa, representando um incremento de aproximadamente 37% em relação ao geopolímero não modificado.

Adicionalmente, a pesquisa evidenciou que a ordem de mistura das micropartículas de vidro influencia significativamente o desempenho dos geopolímeros. Nesse contexto, a solução ativadora da rota de mistura 2 destacou-se em termos de desempenho à compressão uniaxial, devido à sua configuração específica, que favoreceu a reatividade e a sinergia entre os componentes.

Dentre os principais resultados, destaca-se o aumento expressivo de aproximadamente 80% na resistência à compressão quando se utilizou 40% de micropartículas de vidro de garrafa com granulometria entre 38-45  $\mu\text{m}$ , em comparação ao material não modificado. Esse desempenho foi atribuído à melhoria da microestrutura do material, evidenciada por análises de MEV e EDS, que demonstraram uma redução de 81,03% na porosidade da matriz geopolimérica.

O uso de resíduos de vidro como aditivo em soluções ativadoras mostrou potencial para reduzir a dependência de ativadores químicos tradicionais, diminuindo custos e impactos ambientais. A pesquisa comprovou a viabilidade dos geopolímeros como materiais de construção, com melhor desempenho que os convencionais em resistência e estabilidade. Além disso, promoveu a economia circular, utilizando vidro descartado e reduzindo as emissões de CO<sub>2</sub> da produção de cimento Portland. Apesar dos desafios de escala e normatização, o estudo contribui para materiais sustentáveis, oferecendo novas perspectivas para a construção civil.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar o comportamento dos geopolímeros sintetizados ao longo do tempo
- Examinar o impacto de outras faixas granulométricas e formas das micropartículas de vidro no desempenho dos geopolímeros.
- Investigar especificidades de beneficiamento para obter micropartículas de vidro com formas geométricas mais favoráveis a reagir quimicamente.
- Investigar a aplicação de micropartículas de vidro para a síntese de argamassas.
- Avaliar o impacto da adição de nanopartículas ou outros materiais funcionais, como fibras de carbono ou grafeno.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDULLAH, M.; HUSSIN, K.; BNHUSSAIN, M.; ISMAIL, K.; IBRAHIM, W. **Mechanism and chemical reaction of fly ash geopolymer cement: a review**. *International Journal of Pure and Applied Sciences and Technology*, v. 6, n. 1, p. 35–44, 2011.
- ABUBAKAR, M.; MUTHURAJA, A.; RAJAK, D. K.; AHMAD, N.; PRUNCU, C. I.; LAMBERTI, L.; KUMAR, A. **Influence of firing temperature on the physical, thermal and microstructural properties of Kankara Kaolin Clay: a preliminary investigation**. *Materials*, v. 13, n. 8, p. 1872, 2020.
- AHMED, M. F.; KHALIL, W. I.; FRAYYEH, Q. J. **Thermal insulation enhancement of metakaolin-based geopolymer concrete using waste clay brick**. In: 4th International Conference on Manufacturing Technologies, ICMT 2020. Anais [...]. Baghdad: Institute of Physics Publishing, 2020.
- ALHAWAT, M.; ASHOUR, A.; YILDIRIM, G.; ALDEMIR, A.; SAHMARAN, M. **Properties of geopolymers sourced from construction and demolition waste: a review**. *Journal of Building Engineering*, v. 50, p. 104104, 2022.
- ALMEIDA, Bianca Mendes. **Estudo das propriedades mecânicas e microestruturais de materiais cimentícios geopoliméricos produzidos a partir de metacaulim e escória de alto forno**. Orientador: Alisson Clay Rios da Silva. 2023. 132 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2023. Disponível em: <https://repositorio.ufpa.br/jspui/handle/2011/15799>. Acesso em: 3 out. 2024.
- ALVARENGA, C. do B. C. S.; SALES, R. do B. C.; CALDAS, R. B.; CETLIN, P. R.; AGUILAR, M. T. P. **Use of glass waste in the production of metakaolin-based geopolymer submitted to room temperature and thermal curing**. *Ambiente Construído*, Porto Alegre, v. 22, n. 1, p. 147-160, jan./mar. 2022.
- ALVES, L. C.; et al. **Optimization of metakaolin-based geopolymer reinforced with sisal fibers using response surface methodology**. *Industrial Crops and Products*, v. 139, n. April, p. 111551, 2019.

BALAGUER PASCUAL, A.; TOHOUE MONIQUE TOGNONVI; TAGNIT-HAMOU, A. **Optimization study of waste glass powder-based alkali-activated materials incorporating metakaolin: activation and curing conditions.** *Journal of Cleaner Production*, v. 308, p. 127435, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127435>.

ANVISA – AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Relatório sobre reciclagem de vidro no Brasil.** Brasília, 2021.

APOLONIO, P. H.; LIMA, J. S.; MARINHO, E. P.; NOBREGA, A. C. V.; FREITAS, J. C. O.; MARTINELLI, A. E. **Produção de geopolímeros utilizando cinza da casca de arroz como fonte complementar de sílica.** *Cerâmica*, v. 66, n. 378, p. 172–178, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/0366-69132020663782914>.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e engenharia dos materiais.** São Paulo: Cengage, 2008.

AZEREDO MELO, L. G. **Síntese e caracterização de geopolímeros contendo filitos.** 2010. Disponível em: <http://www.ime.eb.br/arquivos/teses/se4/cm/LisGuimaraesdeAzeredoMelopdf>. Acesso em: 3 out. 2024.

BACH, N. S. **Síntese e caracterização de geopolímeros a partir da utilização de resíduos industriais.** 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2021.

BADANOIU, A.; SAADI, T.; STOLERIU, S. **Preparation and characterization of foamed geopolymers from waste glass and red mud.** *Construction and Building Materials*, v. 84, p. 284-293, 2015.

BAI, C.; ZHANG, Y.; LU, Y. **The effect of calcination temperature of kaolin on the formation and properties of metakaolin-based geopolymers.** *Applied Clay Science*, v. 198, p. 105842, 2021.

BATISTA, A.; et al. **Characterization of glass materials: impacts on properties.** *Journal of Materials Science*, v. 54, n. 3, p. 1224-1235, 2019.

BREW, D.; MACKENZIE, K. **Geopolymer synthesis using silica fume and sodium aluminate**. *Journal of Materials Science*, v. 42, p. 3990-3993, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0376-1>.

BUCHWALD, A.; DOMBROWSKI, K.; WEIL, M. **Development of geopolymer concrete supported by system analytical tools**. *Proceedings of the 2nd International Symposium of Non-traditional Cement and Concrete*, ed. by Bilek and Kersner, p. 25-35, 2005.

BUSH, R.; et al. **Effects of glass powder on the mechanical properties of geopolymers**. *Journal of Cleaner Production*, v. 367, p. 132899, 2023.

CARVALHO, E. A. **Sinergismo das variáveis influentes na centrifugação do caulim**. 1996. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e Materiais) – COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 93 p.

CATAURO, M.; et al. **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub> powders synthesized via sol-gel as pure raw material in geopolymer preparation**. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 100, p. 1919-1927, 2017.

CEMENT INDUSTRY FEDERATION. **Relatório australiano de cimento**. Disponível em: <https://cement.org.au/>. Acesso em: 30 mar. 2024.

CHRISTIANSEN, M. U. **An investigation of waste glass-based geopolymers supplemented with alumina**. 2013. Tese (Doutorado) – Michigan Technological University, 2013.

CORNELIS, K.; DUTROW, B. **Mineral science**. USA: John Wiley & Sons, 2007.

CRIADO, M.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. **Effect of sodium sulfate on the alkali activation of fly ash**. *Cement and Concrete Composites*, v. 32, n. 8, p. 589-594, 2010.

DADSETAN, S.; et al. **Extensive evaluation on the effect of glass powder on the rheology, strength, and microstructure of metakaolin-based geopolymer binders**. *Construction and Building Materials*, v. 268, p. 121168-121184, jan. 2021.

DAVIDOVITS, J. **Application of Ca-based geopolymer with blast furnace slag: a review**. *Geopolymer Institute*. In: *2nd International Slag Valorisation Symposium*, Saint-Quentin, França, 2011.

DAVIDOVITS, J. **Environmentally driven geopolymer cement applications**. Saint-Quentin, France: Geopolymer Institute, 2002.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer chemistry and application**. 2. ed. Saint-Quentin, France: Geopolymer Institute, 2008.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers and geopolymeric materials**. *Journal of Thermal Analysis*, v. 35, p.429–441, 1989.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer chemistry and properties**. In: *Geopolymer '88 Proceedings*, p. 25-48, 1988.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers of the first generation: silface-process, geopolymer**. In: *Geopolymer '88 Proceedings*, p. 49-67, 1988.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers: ceramic-like inorganic polymers**. *Journal of Ceramic Science and Technology*, v. 8, p. 336-337, 2017.

DIMAS, D.; GIANNOPOLU, I.; PANIAS, D. **Polymerization in sodium silicate solutions: a fundamental process in geopolymerization technology**. *Journal of Materials Science*, v. 44, p. 3719–3730, 2009.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymer technology: the current state of the art**. *Journal of Materials Science*, v. 42, n. 9, p. 2917-2933, 2022.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymer technology: the current state of the art**. *Journal of Materials Science*, v. 42, n. 9, p. 2917–2933, 2007.

ELIMBI, A.; TCHAKOUTE KOUAMO, H.; NJOPWOUO, D. **Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cements**. *Construction and Building Materials*, v. 25, p. 2805-2812, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.12.055>.

FENG, B.; LIU, J.; CHEN, Y.; TAN, X.; ZHANG, M.; SUN, Z. **Properties and microstructure of self-waterproof metakaolin geopolymer with silane coupling agents**. *Construction and Building Materials*, v. 342, p. 128045, 2022.

FERNANDES, H. R.; GADDAM, A.; REBELO, A.; BRAZETE, D.; STAN, G. E.; FERREIRA, J. M. F. **Bioactive glasses and glass-ceramics for healthcare applications in bone regeneration and tissue engineering.** *Materials*, v. 11, p. 2530, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma11122530>.

FERNÁNDEZ-JIMENEZ, A.; PALOMO, A.; CRIADO, M. **Microstructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model.** *Cement and Concrete Research*, v. 35, n. 6, p. 1204-1209, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.08.021>.

FOLETTTO, E. **Conversion of rice hull ash into soluble sodium silicate.** *Materials Research*, v. 9, p. 335-338, 2006.

FONSECA, J. D.; SOUSA, F. A.; FILHO, F. P. **Diretrizes para a construção de um moinho de bolas para a moagem de sólidos em laboratórios.** *Química Nova*, v. 37, n. 4, p. 646-651, 2014. Disponível em: [https://www.scielo.br/j/qn/a/8RZ5cW4xpBfJHwCVtQZpJ\\_pP/?format=pdf](https://www.scielo.br/j/qn/a/8RZ5cW4xpBfJHwCVtQZpJ_pP/?format=pdf). Acesso em: 9 jan. 2025.

FRIZZO, R. G. **Piroplasticidade em cerâmica de composição albita-feldspato potássico-caulim.** 2018. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, 2018.

FROLOV, S. **Energy efficiency in glass recycling: a review.** *Resources, Conservation and Recycling*, v. 157, p. 104777, 2020.

GEOPOLYMER INSTITUTE. Disponível em: <https://www.geopolymer.org/news/70000-tonnes-geopolymer-concrete-airport/>. Acesso em: 10 jan. 2024.

GIMENEZ-CARBO, E.; SORIANO, L.; ROIG-FLORES, M.; SERNA, P. **Characterization of glass powder from glass recycling process waste and preliminary testing.** *Materials*, v. 14, p. 2971, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma14112971>.

GRAHAM, J. **Understanding the properties of glass: a review.** *Materials Science and Technology*, v. 36, n. 6, p. 799-805, 2020.

GRIM, R. E. **Clay mineralogy.** New York: McGraw-Hill, 1953.

HAJIMOHAMMADI, A.; PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. **Effect of alumina release rate on the mechanism of geopolymer gel formation.** *Chemistry of Materials*, v. 22, n. 18, p. 5199–5208, 2010.

HANNAH, M. B.; SAXBY, J.; ROCHE, M.; MEREDITH, P.; RUST, A. C.; CASHMAN, K. V.; ENGWELL, S. L. **Measuring the size of non-spherical particles and the implications for grain size analysis in volcanology.** *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, v. 415, p. 107257, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2021.107257>.

HWANG, C. L.; HUYNH, T. P. **Effect of alkali-activator and rice husk ash content on strength development of fly ash and residual rice husk ash-based geopolymers.** *Construction and Building Materials*, v. 101, p. 1–9, 2015.

IBRACON – INSTITUTO BRASILEIRO DO CONCRETO. Edificações em concreto: expertise brasileira em projeto, execução, controle e manutenção. v. 1, 2007.

JIANG, D.; LI, X.; LV, Y.; ZHOU, M.; HE, C.; JIANG, W.; LIU, Z. **Utilization of limestone powder and fly ash in blended cement: rheology, strength and hydration characteristics.** *Construction and Building Materials*, v. 232, p. 117228, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117228>.

JITHENDRA, C.; DALAWAI, V. N.; ELAVENIL, S. **Effects of metakaolin and sodium silicate solution on workability and compressive strength of sustainable geopolymer mortar.** *Materials Today: Proceedings*, v. 51, p. 1580–1584, 2022.

PROVIS, J. L.; PALOMO, A.; SHI, C. **Advances in understanding alkali-activated materials.** *Cement and Concrete Research*, v. 78, Part A, p. 110-125, 2015.

KAI-TUO Wang, Yan He, Xiao-ling Song, Xue-min Cui, **Effects of the metakaolin-based geopolymer on high-temperature performances of geopolymer/PVC composite materials,** *Applied Clay Science*, Volume 114, 2015, Pages 586-592, ISSN 0169-1317, <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.07.008>.

KALING Taki, Santanu Mukherjee, Arbind Kumar Patel, Manish Kumar, **Reappraisal review on geopolymer: A new era of aluminosilicate binder for metal immobilization, Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management**, Volume 14, 2020.

KAMSEU, E. et al. **Substitution of sodium silicate with rice husk ash-NaOH solution in metakaolin based geopolymer cement concerning reduction in global warming.** Journal of Cleaner Production, v. 142, p. 3050-3060, 2017.

KHALE, D., Chaudhary, R. **Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review.** J Mater Sci 42, 729–746 (2007). <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0401-4> J. Davidovits, Geopolymers: inorganic polymeric new materials, J. Therm. Anal. Calorim. 37 (8) (1991) 1633–1656.

KHATER, H.M., Ghareeb, M. **Influence of Nano-glass Powder on the Characteristics Properties as Well as Stability Against Firing for Geopolymer Composites.** Arab J Sci Eng 48, 8769–8783 (2023). <https://doi.org/10.1007/s13369-022-07419-8>

KILIÇOĞLU, C.; Çoruh, S. **Recycling of Waste Glass in Concrete Plant as Aggregate and Pozzolan Replacement.** Int. J. Glob. Warm. 2017, 11, 250–262.

KIM, Y., et al. (2022). **The Influence of Glass Particle Size on the Properties of Geopolymers.** Materials Science and Engineering, 892, 112364.

KRETZER, Manuela Bazanni. **Argamassas com cimento geopolimérico à base de metacaulim, cinza volante e escória granulada de alto forno ativado por solução alcalina de silicato.** 2020. 138 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2020. Disponível em: [https://www.u\\_desc.br/arquivos/cc/t/id\\_cpmenu/706/2020\\_02\\_17\\_Manuela\\_Bazanni\\_Kretzer\\_15948257946944\\_706.pdf](https://www.u_desc.br/arquivos/cc/t/id_cpmenu/706/2020_02_17_Manuela_Bazanni_Kretzer_15948257946944_706.pdf). Acesso em: 20 ago. 2024.

LAHOTI, M.; Tan, K.H.; Yang, E.H. **A Critical Review of Geopolymer Properties for Structural Fire-Resistance Applications.** Constr. Build. Mater. 2019, 221, 514–526.

LE BOURHIS, Eric. **Glass: Mechanics and Technology.** 2. ed. Amsterdam: Elsevier, 2013.

LI, C., Sun, H., & Li, L. (2020). **A review: The comparison between alkali-activated slag (Si+Ca) and metakaolin (Si+Al) cements.** Cement and Concrete Research, 40(9), 1341-1349.

LI, Y.; Dong, Y.; El-Naggar, M.R.; Wang, F.; Zhao, Y. **The Influence of Particle Size and Calcium Content on Performance Characteristics of Metakaolin- and Fly-Ash-Based Geopolymer Gels.** Gels 2024, 10, 639. <https://doi.org/10.3390/gels10100639>

LONG YUAN, Hongguang Wang, Tao He, Shansong Gao, **Review on the effect collision between hazardous metal ions and geopolymer as adsorbents or in situ stabilization/solidification**, *Applied Clay Science*, Volume 249, 2024, 107258, ISSN 0169-1317, <https://doi.org/10.1016/j.clay.2024.107258>.

LUUKKONEN, T., Abdollahnejad, Z., Yliniemi, J., Kinnunen, P., & Illikainen, M. (2020). **One-part alkali-activated materials: A review**. *Cement and Concrete Research*, 134, 106140.

MARCHI, J. (Ed.) **Biocompatible Glasses—From Bone Regeneration to Cancer Treatment; Springer International Publishing Switzerland**: Cham, Switzerland, 2016.

MATAI, P. H. L.; VILLANOVA, I.; CRESCENZO, A. **Caracterização de granéis de minério de ferro e carvão - Relatório técnico**. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2016.

MEDEIROS, Ailma Roberia Souto et al. **Análise granulométrica e DRX para caracterização do rejeito de caulim da região do Seridó da Paraíba visando uma nova rota de beneficiamento**. *Brazilian Journal of Development*, v. 6, n. 6, p. 33575-33588, 2020.

MEDEIROS-JUNIOR, R.A.; Thiesen, M.; Betioli, A.M.; Casali, J.M.; Trentin, L.F.Z.; Frare, A.; Borçato, A.G. **Influence of Precursor Particle Size and Calcium Hydroxide Content on the Development of Clay Brick Waste-Based Geopolymers**. *Minerals* 2024, 14, 1169. <https://doi.org/10.3390/min14111169>

MENDES, Beatryz C. et al. **Evaluation of eco-efficient geopolymer using chamotte and waste glass-based alkaline solutions**. *Case Studies In Construction Materials*, [S.L.], v. 16, p. 1-18, jun. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00847>.

MING, L. et al. **Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A Review**. *Progress in Materials Science* 83, 2016.595–629.

MOORE, D. M.; REYNOLDS, R. C. Jr. **X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals**. New York: Oxford University Press, 1989.

MOSTAFA VAFAEI, Ali Allahverdi, **High strength geopolymer binder based on waste-glass powder**, *Advanced Powder Technology*, Volume 28, Issue 1, Pages 215-222.2017.

MOTA DOS SANTOS, A. A. **Influência da diatomita na reologia e hidratação de pastas cimentícias e nas propriedades de argamassas de alta resistência**. 2021. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2021.

OSORIO, P. D. L. (2006) **Concepção de um Saferoom Anti-Tornado em Betão geopolimérico** - Dissertação (Mestrado) - Universidade do Minho, Portugal, 228 p.

PALOMO, A.; Grutzeck, m.; Blanco, m. **Alkali-activated fly ashes: A cement for the future**. Cement and Concrete Research, v. 29, p. 1323-1329, 1999.

PALOMO, A.; Krivenko, P.; Garcia-Lodeiro, I.; Kavalerova, E.; Maltseva, O.; Fernandez-Jimenez, A. **A review on alkaline activation: new analytical perspectives**. Materiales Construcción, v. 64 [315], 2014

PANIAS, Dimitrios; Giannopoulou, Ioanna P.; Perraki, Theodora. **Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, v. 301, n. 1–3, p. 246-254, 2007. ISSN 0927-7757. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2006.12.064>.

PENGWEI GUO, Weina Meng, Hani Nassif, Hongye Gou, Yi Bao, **New perspectives on recycling waste glass in manufacturing concrete for sustainable civil infrastructure**, Construction and Building Materials, Volume 257, 2020, 119579, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119579>.

PFAENDER, H.G. **Schott Guide to Glass**; Chapman & Hall: London, UK, 1992.

PHAIR, J. W.; Van Deventer, J. S. J. **Effect of the silicate activator pH on the microstructural characteristics of waste-based geopolymers**. International Journal of Mineral Processing, v. 66, n. 1–4, p. 121-143, 2002. ISSN 0301-7516. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(02\)00013-3](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(02)00013-3).

PINHEIRO DA CRUZ, Kamila Sindy. **Produção de Agregados Sintéticos para construção civil a partir de materiais geopoliméricos**. Orientador: Alisson Clay Rios da Silva. 2023. 69 f. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2023.

PORTO, Ana Beatriz Rodrigues. **Estudo do concreto geopolimérico a partir de metacaulim**

PROVIS, J. L., & van Deventer, J. S. J. (2009). **Geopolymers: Structure, Processing, Properties and Industrial Applications**. Woodhead Publishing.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. (ed.). **Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications**. New York: Woodhead, 2009.

QIN Z, Jin J, Liu L, Zhang Y, Du Y, Yang Y, et al. **Reuse of soillike material solidified by a biomass fly ash-based binder as engineering backfill material and its performance evaluation**. J Clean Prod 2023; 402:136824. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.136824>.

RAY L. FROST, JANOS KRISTOF, **Raman and Infrared Spectroscopic Studies of Kaolinite Surfaces Modified by Intercalation**, Editor(s): Fernando Wypych, Kestur Gundappa Satyanarayana, Interface Science and Technology, Elsevier, Volume 1, 2004, Pages 184-215,

RETSCH TECHNOLOGY. **Particle Analyzer CAMSIZER X2**. 1 fotografia. Disponível em: <https://www.retsch-technology.com/products/dynamic-image-analysis/camsizer-x2/function-features/>. Acesso em: 28 out. 2024.

RODRIGUES, Victor Hugo Machado. **Estudo da influência de variáveis no processo de moagem em moinhos de bolas**. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/handle/1843/BUBD-A2GHRA>. Acesso em: 9 jan. 2025.

RUI XIAO, Yiyuan Zhang, Xi Jiang, Pawel Polaczyk, Yuetan Ma, Baoshan Huang, **Alkali-activated slag supplemented with waste glass powder: Laboratory characterization, thermodynamic modelling and sustainability analysis**, Journal of Cleaner Production, Volume 286, 2021, 125554, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125554>.

RUI XIAO, Yuetan Ma, Xi Jiang, Miaomiao Zhang, Yiyuan Zhang, Yanhai Wang, Baoshan Huang, Qiang He, **Strength, microstructure, efflorescence behavior and environmental impacts of waste glass geopolymers cured at ambient temperature**, Journal of Cleaner Production, Volume 252, 2020, 119610, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119610>.

SALAHADDIN, S.D., Haido, J.H., Wardeh, G., 2022. **The behavior of UHPC containing recycled glass waste in place of cementitious materials: a comprehensive review**. Case Stud. Constr. Mater. 17, e01494 <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2022.e01494>.

SALEH, R.; Kemal, T.; Ramyar, K. **Effect of various supplementary cementitious materials on rheological properties of self-consolidating concrete.** *Construction and Building Materials*, v. 75, p. 89–98, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.11.014>>.

SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. **Tratamento de minérios: práticas laboratoriais.** Rio de Janeiro: CETEM, 2007. 570p.

SANTOS, P. S. **Ciência e Tecnologia de Argilas.** 2. ed. São Paulo: Edgar Blücher, 1989. v. 1.

SEGURA, IP, Jensen, PA, Damø, AJ *et al.* **Influência de ativadores à base de sódio e teor de água nas propriedades frescas e endurecidas de geopolímeros de metacaulim.** *SN Appl. Sci.* 4 , 283 (2022). <https://doi.org/10.1007/s42452-022-05167-w>

SHAKOR, P., Sanjayan, J., Nazari, A., & Xia, M. (2021). **The influence of rheological properties of 3D printed geopolymers on mechanical properties.** *Construction and Building Materials*, 227, 117059.

SHELBY, J. **Introduction to Glass Science and Technology**, 2nd ed.; The Royal Society of Chemistry: Cambridge, UK, 2005; ISBN 0854046399

SHI, C.; ZHENG, K. **A review on the use of waste glasses in the production of cement and concrete.** *Resources, Conservation and Recycling*, v. 52, p. 234-247, 2007.

SHVARZMANA, A.; Kovler, K.; Grader, G.S.; Shter, G.E. **The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic activity of kaolinite.** *Cem. Concr. Res.*, v. 33. p. 405–416. 2003.

SICHERI, E.P.; CARAM, R.; SANTOS J.C.P. **Vidros na construção civil.** In: ISAIA, G.C. *Materiais de construção civil e princípios de ciência e Engenharia de Materiais.*

SIDDIKA, A.; Hajimohammadi, A.; Ferdous, W.; Sahajwalla, V.; Blanco, I.; Catauro, M. **Roles of Waste Glass and the Effect of Process Parameters on the Properties of Sustainable Cement and Geopolymer Concrete-A State-of-the-Art Review.** *Polymers* 2021, 13, 3935.

SILVA, J. **Mecanismo de ação do silicato de sódio como depressor em flotação.** Universidade Federal de Pernambuco, p. 79, 2011.

SILVA, R. B. da. **Caracterização do caulim do Junco do Seridó –PB para avaliação do seu potencial adsorvente no sistema caulim/urucum**. 2019. 34f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 2019.

SILVA, T., et al. (2023). **Waste Glass as a Sustainable Additive in Geopolymer Production**. *Construction and Building Materials*, 367, 128349.

SINGH, N.B. **Fly ash-based geopolymer binder: a future construction material**. *Minerals*, v. 8, n. 7, p. 299, 2018.

SKAF, T. B. **Influência de Matérias-Primas na Microestrutura e Resistência de Compósitos Geopoliméricos**. Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais - Instituto Militar de Engenharia – IME, 118p, 2005.

**Supported by System Analytical Tools**. Proceedings of the 2nd Int. Synposiun of Non-tradition Cement and Concrete, ed. by Bilek and Kersner, p. 25-35. 2005.

TEBECHRANI NETO, A. **Avaliação das propriedades mecânicas de uma mistura de material asfáltico fresado e vidro moído com a adição de cal de carbureto**. 2020. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/212229>. Acesso em: 10 ago. 2022.

TEMUJIN, J.; Williams, R.P.; Riessen, A. **Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature**. *J. Mater. Process. Technol*, v. 12. p. 5276–5280. 2009.

THE ZEOBOND GROUP. **E-crete Brochure**. Disponível online: (acessado em 4 de março de 2021).

TOHOUE Monique Tognonvi, Ana Balaguer Pascual, Arezki Tagnit-Hamou, **Physico-chemistry of geopolymers based on recycled glass powder and metakaolin: Effect of metakaolin content**, *Materials Today: Proceedings*, Volume 58, Part 4, 2022, Pages 1508-1514, ISSN 2214 7853, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.040>.

TORRES-CARRASCO, M.; PUERTAS, M. **Waste glass in the geopolymer preparation. Mechanical and microstructural characterisation**. *Journal of Cleaner Production*, v. 90, p. 397-408, 2014. ISSN 10.1016/j.jclepro.2014.11.074.

ULUSOY, U.; Yekeler, M.; Hiçyilmaz, C. **Determination of the shape, morphological and wettability properties of quartz and their correlations.** Minerals Engineering, v. 16, p. 951964, 2003.

UNEP. (2022). **Global Status Report on Recycling: Glass.**v. 35, p. 429-441, 1989.

VAF AEI, M.; ALLAHVERDI, A. **Influence of calcium aluminate cement on geopolymerization of natural pozzolan.** Construction and Building Materials, v.114, p. 2906, 2016.

VERMA, M.; Dev, N.; Rahman, I.; Nigam, M.; Ahmed, M.; Mallick, J. **Geopolymer Concrete: A Material for Sustainable Development in Indian Construction Industries.** Crystals 2022, 12, 514.

WAGNERS EARTH FRIENDLY CONCRETE (EFC). **Geopolymer Concrete.** Available online: <https://www.wagner.com.au/main/our-projects/pinkenba-wharf/> (accessed on 4 March 2021).

WEERDT, K.D. **Geopolymers – State of the art.** Coin Project report 37. 2011.

WENG, L.; Sagoe-Crentsil, K. **Processos de dissolução, reações de hidrólise e condensação durante a síntese de geopolímeros: Parte I — Sistemas de baixa razão Si/Al.** Journal of Materials Science, v. 42, p. 2997-3006, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10853-006-08202>.

WENKUI Dong, Wengui Li, Zhong Tao, **A comprehensive review on performance of cementitious and geopolymeric concretes with recycled waste glass as powder, sand or cullet, Resources, Conservation and Recycling, Volume 172, 2021.**

WULFF, J. et al. **Ciência dos materiais. Instituto Tecnológico de Massachusetts**, v. 1, junho de 1964.

XIU, H.; Ma, F.; Li, J.; Zhao, X.; Liu, L.; Fenga, P.; Yang, X.; Zhang, X.; Kozliak, E.; Y. Ji, **Using fractal dimension and shape factors to characterize the microcrystalline cellulose (MCC) particle morphology and powder flowability,** Powder Technology, v. 364, p. 241-250, 2020.

XU, G., Shi, C., & Wang, Z. (2023). **Effect of biomass ash on the properties of geopolymer materials.** Construction and Building Materials, 291, 123268.

YIYUAN ZHANG, Rui Xiao, Xi Jiang, Wenkai Li, Xingyi Zhu, Baoshan Huang, **Effect of particle size and curing temperature on mechanical and microstructural properties of waste glass-slag-based and waste glass-fly ash-based geopolymers**, *Journal of Cleaner Production*, Volume 273, 2020, 122970, ISSN 0959-6526, <http://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122970>.

YOUSSEF Ettahiri, Brahim Akhsassi, Mina El Fazdoune, Abdessalam Bouddouch, Lahcen Bouna, Abdeljalil Benlhachemi, Luis Pérez-Villarejo, Regina de Fátima Peralta Muniz Moreira, **From synthesis to applications: A comprehensive review of geopolymer materials for photocatalytic degradation of organic pollutants**, *Separation and Purification Technology*, Volume 330, Part C, 2024.

ZACHARIASEN, W. H. **The atomic arrangement of glasses**. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 15, n. 5, p. 214-221, 1932.

ZHANG, H., Feng, J., & Xu, J. (2023). **Life cycle assessment of geopolymer concrete: An environmental comparison with ordinary Portland cement concrete**. *Journal of Cleaner Production*, 305, 127064.

ZHANG, L., Ahmari, S., Zhang, J., 2011. **Synthesis and characterization of fly ash modified mine tailings-based geopolymers**. *Constr. Build. Mater.* 25 (9), 3773–3781.

ZHANG, M., El-Korchi, T., Zhang, G., Liang, J., Tao, M. **Synthesis factors affecting mechanical properties, microstructure, and chemical composition of red mud–fly ash based geopolymers**. *Fuel* 134, 315–325, 2014.

ZHANG, Peng, Wang, Cong, Wang, Fei and Yuan, Peng. **Influence of sodium silicate to precursor ratio on mechanical properties and durability of the metakaolin/fly ash alkali-activated sustainable mortar using manufactured sand**" *REVIEWS ON ADVANCED MATERIALS SCIENCE*, vol. 62, no. 1, 2023, pp. 20220330. <https://doi.org/10.1515/rams-2022-0330>

ZHANG, Y., Provis, J. L., Reid, A., & Wang, H. (2021). **Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction**. *Construction and Building Materials*, 274, 121723.

ZHANG, Z., Provis, J.L., Reid, A., Wang, H., 2014b. **Geopolymer foam concrete: an emerging material for sustainable construction**. *Constr. Build. Mater.* 56 (15), 113–127.

ZHAO, X., Sanjayan, J., & Li, G. (2021). **Enhanced geopolymer performance through nanomaterials: A review**. *Construction and Building Materials*, 279, 122506.

ZHAOLIANG SHENG, Binrong Zhu, Jingming Cai, Jinsheng Han, Yamei Zhang, Jinlong Pan, **Influence of waste glass powder on printability and mechanical properties of 3D printing geopolymer concrete**, *Developments in the Built Environment*, Volume 20, 2024, 100541, ISSN 2666-1659, <https://doi.org/10.1016/j.dibe.2024.100541>.

ZIEJEWSKA, C.; Grela, A.; Hebda, M. **Influence of Waste Glass Particle Size on the Physico-Mechanical Properties and Porosity of Foamed Geopolymer Composites Based on Coal Fly Ash**. *Materials* 2023, 16, 2044. <https://doi.org/10.3390/ma16052044>

ZIEJEWSKA, C.; Grela, A.; Hebda, M. **Influência do tamanho de partículas de vidro residual nas propriedades físico-mecânicas e na porosidade de compósitos de geopolímeros espumados baseados em cinzas volantes de carvão**. *Materials* 2023, 16,2044. <https://doi.org/10.3390/ma16052044>