

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



BIANCA MENDES ALMEIDA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS GEOPOLIMÉRICOS PRODUZIDOS A PARTIR DE METACAULIM E ESCÓRIA DE ALTO FORNO

Ananindeua 2023

BIANCA MENDES ALMEIDA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS GEOPOLIMÉRICOS PRODUZIDOS A PARTIR DE METACAULIM E ESCÓRIA DE ALTO FORNO

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: Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva

Área de Concentração: Caracterização, Desenvolvimento e Aplicação de Materiais. Linha de Pesquisa: Tecnologia dos Materiais.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará

Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

M538e Mendes Almeida, Bianca.

Estudo das propriedades mecânicas de materiais cimentícios geopoliméricos produzidos a partir de metacaulim e escória de altoforno / Bianca Mendes Almeida. — 2023.

131 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva Coorientador(a): Prof. Dr. Veronica Scarpini Candido Dissertação (Mestrado) -Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua, Programa de Pós-Graduação em

Ciência e Engenharia de Materiais, Ananindeua, 2023. 1. Desempenho Mecânico. 2. Sustentabilidade. 3.

Aluminossilicatos. 4. Geopolímeros. 5. Cimento Geopolimérico. I. Título.

BIANCA MENDES ALMEIDA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS GEOPOLIMÉRICOS PRODUZIDOS A PARTIR DE METACAULIM E ESCÓRIA DE ALTO FORNO

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: 21/06/2023.

Banca examinadora

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

Lerónica Scarpini Candiaco

Prof.(a) Dr.(a) Veronica Scarpini Candido Examinador(a) interno(a) – (PPGCEM/UFPA)



Prof. Dr. Afonso Rangel Garcez de Azevedo Examinador externo – (UENF)

Ao dono de toda ciência, sabedoria e poder. Aos meus pais, esposo e amigos. Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

Toda honra, glória e louvor ao meu Deus eterno pela força, sabedoria e capacidade a mim concedidas para concluir mais esta etapa da minha vida. Por Sua imensa bondade, providência e misericórdia, gratidão!

Às pessoas que Deus designou para caminhar ao meu lado em todos os desafios da minha jornada, minha eterna admiração. Mamãe e papai, obrigada mesmo por todo apoio, incentivo e confiança, jamais teria chegado até aqui sem vocês.

Ao meu esposo Raí, agradeço o amor, o apoio, a paciência, o incentivo e tamanha compreensão que me dedicou nas minhas inúmeras horas de ausência familiar.

Ao professor Dr. Alisson Clay Rios da Silva, meu orientador, por todo o ensinamento, críticas construtivas, orientação, competência e dedicação. Obrigada por transmitir toda a segurança, tranquilidade e apoio que foram fundamentais e decisivos para a elaboração e conclusão deste trabalho.

À minha amiga Kamila Sindy que esteve comigo do início ao fim dessa caminhada compartilhando momentos felizes, tensos, difíceis e principalmente experiências e conhecimento. Nem posso imaginar como seria tudo sem sua ajuda, companheirismo e amizade.

Aos demais colegas do grupo de pesquisa da UFPA, Avener Andrade, Kelly Costa, Paulo Aranha, Luciano Almeida, Miriane Pinheiro, Damares Barbosa e Olívia Leite, gratidão pelas pequenas e grandes contribuições.

Aos pesquisadores referenciados e a todos os que, de alguma forma, estiveram envolvidos na realização deste trabalho.

Muito obrigada!

HENRY FORD

"Se você pensa que pode ou se pensa que não pode, de qualquer forma você está certo."

RESUMO

Os impactos ambientais causados pela produção do Cimento Portland apontam para a urgência de se reduzir o uso deste ligante devido principalmente à emissão de CO₂ e consumo de energia que ocorrem durante seu processo de produção. Na busca por materiais alternativos, o cimento geopolimérico tem se mostrado promissor, tanto em desempenho mecânico quanto em conservação de recursos naturais. Estes cimentos são obtidos a partir de matérias-primas naturais que contenham aluminossilicatos ativados por uma solução alcalina. Neste trabalho, pasta, argamassa e concreto de cimento geopolimérico foram desenvolvidos utilizando metacaulim, escória de alto forno e solução alcalina de hidróxido de sódio e silicato de sódio. Os objetivos principais incluíram avaliar a influência da escória de alto forno nas propriedades mecânicas de pastas geopoliméricas, variando sua adição em massa (30% a 60%), avaliar, a influência da areia na argamassa geopolimérica variando sua adição na pasta com melhor desempenho de 20% a 70%, e por fim, a adição de brita 0 em duas misturas. Os resultados mostraram que a pasta alcançou resistência máxima à compressão de 36,5 MPa com 35% de escória na matriz. Esse valor subiu para 41,15 MPa na argamassa com a incorporação de 40% de areia. Para o concreto, o melhor resultado foi encontrado para a mistura que continha menor adição de brita. Os resultados do concreto foram comparados com o concreto de cimento Portland CPV-ARI através da fixação de alguns parâmetros de dosagem como consumo de aglomerantes e relação água/aglomerante. Outras propriedades investigadas incluíram, tempo de pega, abatimento, resistências à tração na flexão e análise microestrutural por MEV. O concreto geopolimérico se mostrou superior ao Portland em até 21,16% alcançando resistência à compressão de 41,8 MPa, tração na flexão de 4,87 MPa e melhor aderência matriz/agregado na mistura com menor adição de brita 0. Os resultados obtidos para os geopolímeros possibilitam sua aplicação em obras civis que demandam materiais que alcancem altas resistências nas idades iniciais, indústrias de pré-moldados e pavimentação.

Palavras-chave: Desempenho Mecânico; Sustentabilidade; Aluminossilicatos; Geopolímeros; Cimento Geopolimérico.

ABSTRACT

The environmental impacts caused by the production of Portland Cement point to the urgency of reducing the use of this binder mainly due to the CO2 emission and energy consumption that occur during its production process. In the search for alternative materials, geopolymeric cement has shown promise, both in terms of mechanical performance and conservation of natural resources. These cements are obtained from natural raw materials containing aluminosilicates activated by an alkaline solution. In this work, geopolymeric cement paste, mortar and concrete were developed using metakaolin, blast furnace slag and alkaline solution of sodium hydroxide and sodium silicate. The main objectives included evaluating the influence of blast furnace slag on the mechanical properties of geopolymer pastes, varying its addition in mass (30% to 60%), evaluating the influence of sand in geopolymer mortar varying its addition in the paste with better performance of 20% to 70%, and finally, the addition of gravel 0 in two mixtures. The results showed that the paste reached a maximum compressive strength of 36.5 MPa with 35% slag in the matrix. This value rose to 41.15 MPa in the mortar with the incorporation of 40% sand. For concrete, the best result was found for the mixture that contained less crushed stone. The results of the concrete were compared with the CPV-ARI Portland cement concrete by setting some dosing parameters such as binder consumption and water/binder ratio. Other properties investigated included setting time, slump, flexural tensile strength and microstructural analysis by SEM. Geopolymeric concrete was superior to Portland by up to 21.16%, reaching compressive strength of 41.8 MPa, flexural traction of 4.87 MPa and better matrix/aggregate adhesion in the mixture with less addition of gravel 0. The results obtained for geopolymers enable their application in civil works that demand materials that reach high strenght in the initial ages, precast and paving industries.

Keywords: Mechanical Performance; Sustainability; Aluminosilicates; Geopolymers; Geopolymeric Cement.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Representação do arranjo espacial da estrutura dos geopolímeros20	6
Figura 2 - Resistência à tração na flexão do geopolímero para diferentes concentrações de hidróxido de sódio	le 4
Figura 3 - Produtos cimentícios Geopoliméricos	8
Figura 4 - Resistência à compressão das argamassas estudadas4	0
Figura 5 - Desempenho mecânico GP x CP42	2
Figura 6 - Global Change Institute44	4
Figura 7 - Obras de Pavimentação no BWWA e BWWA em funcionamento44	4
Figura 8 - Etapas de pesquisa4	6
Figura 9 - Agregado miúdo (areia)50	0
Figura 10 - Agregado graúdo (brita zero)50	0
Figura 11 - Processo de calcinação do caulim: (a) Forno mufla; (b) cadinho sendo retirado de forno mufla; (c) resfriamento e (d) metacaulim pronto para uso	o 2
Figura 12 - Escória Granulada de Alto Forno: (a) partículas de escória após secagem; (b moinho de jarro onde foi feito a moagem da escória; (c) escória após ser moída e (d) escóri em pó após peneiramento) a 3
Figura 13 - Peneira com fundo e tampa, balança, pincel e Becker utilizados no ensaio de finura	а. 4
Figura 14 - (a) Cadinhos com os pós de caulim, metacaulim e escória de alto forno; (b) cadinho em forno mulfa; (c) materiais em dessecador5:	os 5
Figura 15 - (a) Pós de caulim, metacaulim e escória em cápsulas metálicas; (b) cápsula metálicas em estufa; (c) amostras em dessecador	ıs 6
Figura 16 - Conjunto de peneiras e agitador mecânico5	8
Figura 17 - Microscópio Eletrônico de Varredura do Museu Emílio Goeldi	9
Figura 18 - Procedimento de mistura para preparação da pasta geopolimérica6	1
Figura 19 - Pasta geopolimérica: (a) insumos utilizados e (b) pasta pronta6	1
Figura 20 - Procedimentos de mistura para preparação das argamassas geopoliméricas6	2

Figura 28 - Confecção dos CP's prismáticos: (a) preenchimento dos moldes; (b) adensamento; (c) CP's cobertos; (d) cura úmida dos CP's; (e) CP's prontos para ensaio de tração na flexão.

Figura 31 - Ensaio de compressão das Argamassas: (a) execução do ensaio; (b) e (c) CP's rompidos.
Figura 32 - Ensaio de compressão dos Concretos: (a) execução do ensaio; (b) e (c) CP's rompidos.
73

Figura 33 - Ensaio de tração na flexão dos CP's de argamassa: (a) execução do ensaio; (b)
detalhes do apoio do CP; (c) ruptura do CP74
Figura 34 - Ensaio de tração na flexão dos CP's de concreto: (a) execução do ensaio; (b) e (c)
ruptura do CP74
Figura 35 - DRX do Caulim77
Figura 36 - Imagens de MEV: (a) caulim com aumento de 13000x (b) caulim com aumento de
27000x
Figura 37 - DRX do Metacaulim83
Figura 38 - Espectro de FTIR do Caulim e do Metacaulim
Figura 39 - Imagens de MEV: (a) metacaulim com aumento de 1000x; (b) metacaulim com
aumento de 5000x
Figura 40 - DRX da Escória de Alto Forno89
Figura 41 - Espectro de FTIR da escória de alto forno91
Figura 42 - Imagens de MEV: (a), (b), (c) e (d) Escória de Alto Forno92
Figura 43 - Curva de distribuição granulométrica da areia94
Figura 44 - Curva de distribuição granulométrica da brita 095
Figura 45 - Resistência à compressão das pastas geopoliméricas com as variações em
percentuais de escória de alto forno96
Figura 46 - Imagens MEV dos CP's com teores de escória de (a) 35% em massa e (b) 60% em massa
Figura 47 - Resistência à compressão da argamassa geopolimérica com 35% de escória e
variação dos percentuais de Areia
Figura 48 - Resistência à tração na flexão da argamassa geopolimérica com 35% de escória e
variação dos percentuais de Areia101
Figura 49 - MEV da Argamassa 40% de areia: (a) micrografia da superfície externa; (b)
micrografia da superfície interna102
Figura 50 - Resistências à compressão dos concretos adquiridas após 7 dias de cura 104
Figura 51 - Resistências à tração na flexão dos concretos adquiridas após 7 dias de cura 106

Figura 52 - Micrografias das superfícies dos concretos após ruptura: (a) e (b) con	ncreto Portland;
(c) e (d) concreto geopolimérico.	107
Figura 53 - Imagens EDS das superfícies dos concretos (a) Portland e (b) Geop	olimérico Rico.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Estrutura dos Geopolímeros.	27
Tabela 2 - Gama de aplicações do geopolímero conforme razão Si/Al	
Tabela 3 - Valores limites para o metacaulim.	
Tabela 4 - Características do NaOH	48
Tabela 5 - Características do Silicato de Sódio.	48
Tabela 6 - Características físicas do CP V - ARI	49
Tabela 7 - Consumo de materiais.	65
Tabela 8 - Análise Granulométrica do Caulim	76
Tabela 9 - Composição do Caulim	78
Tabela 10 - Análise Granulométrica do Metacaulim	
Tabela 11 - Análise Granulométrica da Escória de Alto Forno	
Tabela 12 - Análise Granulométrica do Agregado Miúdo (Areia)	93
Tabela 13 - Classificação da areia quanto ao módulo de finura	93
Tabela 14 - Análise Granulométrica do Agregado Graúdo (Brita 0)	95

LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIATURAS E SIGLAS

SÍMBOLOS

Al	Alumínio
Al(OH)-4	Hidróxido de alumínio
Al ₂ O ₃	Óxido de Alumínio
CaO	Óxido de Cálcio
CASH	Silicato de Alumina e Cálcio Hidratado
CO_2	Dióxido de carbono
CSH	Silicato de cálcio hidratado
Fe ₂ O ₃	Óxido de Ferro
H ₂ O	Água
K+	Íon de Potássio
КНО	Hidróxido de Potássio
М	Metal alcalino ou alcalino-terroso;
MgO	Óxido de magnésio
Ν	Grau de policondensação;
NASH	Aluminossilicato de Sódio Hidratado
Na+	Íon de Sódio
Na ₂ O	Óxido de Sódio
Na ₂ SiO	Silicato de Sódio
NaOH	Hidróxido de sódio
OH	Hidroxila
Si	Silício
Si/AL	Razão Silício e Alumínio
SiO ₂	Óxido de Silício
SiO ₄	Silicato
SO_3	Trióxido de enxofre
W	Número de moléculas de água.

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.	GEOPOLÍMERO	.24
2.1.1.	Aspectos Históricos	.24
2.1.2.	Características dos Geopolímeros	.25
2.2.	MATÉRIAS-PRIMAS	.28
2.2.1.	Caulim e Metacaulim	.29
2.2.2.	Escória Granulada de Alto Forno	.31
2.2.3.	Ativadores Alcalinos	.32
2.2.3.1.	Hidróxido de sódio	.33
2.2.3.2.	Hidróxido de Potássio	.34
2.2.3.3.	Silicato de sódio	.35
2.2.4.	Outras Fontes de Aluminossilicatos	.36
2.2.4.1.	Resíduos Industriais	.36
2.2.4.2.	Resíduos Agrícolas	.37
2.3.	PRODUTOS GEOPOLIMÉRICOS	.37
2.3.1.	Pasta Geopolimérica	.38
2.3.2.	Argamassa Geopolimérica	.39
2.3.3.	Concreto Geopolimérico	.40
2.4.	APLICAÇÕES DOS GEOPOLÍMEROS	.42
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	.46

SUMÁRIO

3.1.	MATERIAIS
3.1.1.	Precursores Geopoliméricos
3.1.1.1.	Metacaulim
3.1.1.2.	Escória de Alto Forno47
3.1.2.	Ativadores Alcalinos
3.1.2.1.	Hidróxido de Sódio
3.1.2.2.	Silicato de Sódio
3.1.3.	Cimento Portland CPV-ARI
3.1.4.	Agregados
3.1.4.1.	Agregado Miúdo49
3.1.4.2.	Agregado Graúdo
3.1.5.	Água51
3.2.	MÉTODOS
3.2.1.	Beneficiamento das matérias-primas51
3.2.1.1.	Calcinação do Caulim51
3.2.1.2.	Beneficiamento da Escória de Alto Forno52
3.2.2.	Ensaios Físicos dos Pós53
3.2.2.1.	Índice de Finura dos pós54
3.2.2.2.	Perda ao Fogo dos pós55
3.2.2.3.	Teor de umidade dos pós56
3.2.2.4.	Análise Granulométrica dos Pós
3.2.3.	Análise Granulométrica dos Agregados58
3.2.4.	Técnicas de Caracterização
3.2.4.1.	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)58
3.2.4.2.	Difratometria de Raios-X
3.2.4.3.	Microscopia Eletrônica de Varredura59

3.2.4.4.	Fluorescência de Raios-X	50
3.2.5.	Obtenção das pastas, argamassas e concretos6	50
3.2.5.1.	Preparação da Pasta de Cimento Geopolimérico6	50
3.2.5.2.	Preparação da Argamassa de Cimento Geopolimérico6	52
3.2.5.3.	Preparação dos Concretos6	53
3.2.6.	Confecção dos Corpos de Prova6	57
3.2.6.1.	Cilíndricos	58
3.2.6.2.	Prismáticos	70
3.2.7.	Ensaios Mecânicos	72
3.2.7.1.	Resistência à Compressão Axial7	72
3.2.7.2.	Resistência à Tração na Flexão7	74
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	75
4.1.	Ensaios Físicos e Caracterização dos Precursores7	75
4.1.1.	Caulim <i>in natura</i>	75
4.1.1.1.	Perda ao Fogo do Caulim7	75
4.1.1.2.	Teor de Umidade do Caulim	75
4.1.1.3.	Análise Granulométrica do Caulim7	76
4.1.1.4.	Difratometria de Raios-X do Caulim	17
4.1.1.5.	Microscopia Eletrônica de Varredura do Caulim	78
4.1.2.	Metacaulim	30
4.1.2.1.	Índice de Finura do Metacaulim8	30
4.1.2.2.	Perda ao Fogo do Metacaulim8	31
4.1.2.3.	Teor de Umidade do Metacaulim8	31
4.1.2.4.	Análise Granulométrica do Metacaulim8	31
4.1.2.5.		
	Difratometria de Raios-X do Metacaulim	32

4.1.2.7.	Microscopia Eletrônica de Varredura do Metacaulim	85
4.1.3.	Escória de Alto Forno	87
4.1.3.1.	Índice de Finura da Escória de Alto Forno	87
4.1.3.2.	Perda ao Fogo da Escória de Alto Forno	87
4.1.3.3.	Teor de Umidade da Escória de Alto Forno	.88
4.1.3.4.	Análise Granulométrica da Escória de Alto Forno	. 88
4.1.3.5.	Difratometria de Raios-X da Escória de Alto Forno	. 89
4.1.3.6.	FTIR da Escória de Alto Forno	90
4.1.3.7.	Microscopia Eletrônica de Varredura da Escória de Alto Forno	.91
4.2.	Análise Granulométrica dos Agregados	93
4.2.1.	Agregado miúdo (areia)	93
4.2.2.	Agregado Graúdo (Brita 0)	.95
4.3.	Pastas Geopoliméricas	.96
4.3.1.	Resistência à Compressão das Pastas	.96
4.3.2.	Análise Microestrutural das Pastas	.98
4.4.	Argamassa Geopolimérica	.99
4.4.1.	Resistência à Compressão das Argamassas	.99
4.4.2.	Resistência à Tração na Flexão	100
4.4.3.	Análise Microestrutural das Argamassas	101
4.5.	Concreto Geopolimérico	103
4.5.1.	Tempo de Pega	103
4.5.2.	Ensaio de Abatimento de Tronco de Cone	103
4.5.3.	Resistência à Compressão dos Concretos	104
4.5.4.	Resistência à Tração na Flexão dos Concretos	106
4.5.5.	Análise Microestrutural dos Concretos	107
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	111

6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	113
5.1.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	

1. INTRODUÇÃO

Entre os materiais mais consumidos do mundo está o cimento Portland, o grande protagonista na indústria da construção civil (EKINCI, 2020; JACINTHO, 2019; IGE, 2022; IEA, 2020). A produção global de cimento experimentou um aumento anual de 5% para 4,2 GT nos últimos 40 anos, e estima-se que continue crescendo 10% ao ano até 2060 (IEA, 2020). Um aumento anual semelhante de 3,3% foi observado na indústria siderúrgica (SCRIVENER *et al.*, 2018). Segundo a Associação Mundial do Aço e a Agência Internacional de Energia (IEA), a emissão de dióxido de carbono associada à indústria siderúrgica e de concreto é responsável por 8% e 6% das emissões globais de gases de efeito estufa.

Além disso, o cimento Portland foi apontado em 2020 como responsável por 50% do consumo mundial de materiais, 40% da energia e por 50% da geração de resíduos (IGE, 2020; SUMMERBELL, 2020). Sua fabricação está associada ao consumo elevado de recursos naturais devido à mineração da rocha calcária e à emissão de gases poluentes como o dióxido de carbono (CO₂), proveniente dos fornos rotativos que, durante a etapa de clinquerização, requerem temperaturas em torno de 1450°C (ABCP, 2014). Segundo Davidovits (2013), a síntese de 1 tonelada de clínquer gera 0,95 toneladas de dióxido de carbono. As emissões anuais de CO₂ oriundas da sintetização do cimento chegam a quase 3 bilhões de toneladas por ano em todo o mundo (ALBUQUERQUE *et al*, 2020).

Como a proteção ambiental e a sustentabilidade tornaram-se uma preocupação mundial, as recorrentes preocupações do aquecimento global apontam para a importância de reduzir o consumo indiscriminado deste ligante (CARVALHO *et al*, 2018). Diferentes alternativas têm sido propostas, podendo-se destacar o uso de resíduos em substituição ao cimento e/ou agregados, de forma a se obter concretos com desempenhos iguais ou superiores aos convencionais (GARTNER *et al.*, 2018; GOŁASZEWSKA *et al.*, 2021; MARC *et al.*, 2020; MOBILI, 2020; SINGH *et al.*, 2020).

Desde a década de 1970 estuda-se um ligante de alto desempenho obtido pela reação de silicoaluminatos amorfos com uma solução altamente alcalina (PALOMO *et al.*, 1999) produzido com reduzido gasto energético, baixa emissão de gases tóxicos na atmosfera e custo competitivo, são os chamados geopolímeros (DAVIDOVITS, 1976). Sua produção evolve a reutilização de subprodutos de outras indústrias que apresentem expressivas quantidades de sílica e alumina, porém, sem grau de pureza e homogeneidade elevada (SUKMAK *et al.*, 2013), como o metacaulim (HODHOD *et al.*, 2020; ROCHA *et al.*, 2018; ZHENMING *et al.*, 2019),

as cinzas volantes (HAGER *et al.*, 2021; HUI-TENG *et al.*, 2020; MEESALA *et al.*, 2020), cinza da casca de arroz (KAUR, SINGH, KAUR, 2018; MOHD *et al.*, 2021), etc.

Dentre estes, o material comercial mais utilizado como precursor é o metacaulim, que possui estrutura amorfa bastante reativa frente à solução básica – normalmente uma mistura de hidróxido e silicato de sódio ou potássio (WEISE *et al.*,2022; HUAJUN *et al.*, 2021). Também é de suma importância a incorporação de uma fonte de cálcio na matriz geopolimérica como o resíduo da escória de alto forno, que torna a estrutura do produto final mais compacta, resistente, trabalhável e menos porosa (MEHTA e SIDDIQUE, 2018; OZCAN e KARAKOC, 2019; SITARZ, HAGER e CHOIŃSKA, 2020).

O emprego da escória de alto forno em cimentos geopoliméricos é uma possibilidade de destinação adequada para este tipo de resíduo. Com base nas propriedades que a escória de alto forno confere ao geopolímero, a presente pesquisa pretendeu sintetizar pasta, argamassa e concreto geopolimérico à base de metacaulim e escória de alto forno para avaliar as propriedades mecânicas e microestruturais finais desses materiais, de modo a contribuir com uma futura implantação desses materiais em escala industrial.

1.1. Justificativa

Tendo em vista critérios técnicos, esta pesquisa se justifica pela importância de se obter o conhecimento da influência da escória de alto forno no comportamento mecânico e microestrutural de materiais geopoliméricos. Além disso, a cadeia de produção do cimento Portland implica em questões ambientais que precisam ser resolvidas ou no mínimo, urgentemente mitigadas. Destacam-se entre os principais problemas, o consumo de energia (aproximadamente 3 GJ por tonelada de cimento) e as emissões significativas de CO₂ (aproximadamente 800 kg por tonelada de cimento) (HEEDE e BELIE, 2012; WU *et al.*, 2019).

Em 2013, as concentrações de dióxido de carbono na atmosfera ultrapassaram 400 partes por milhão, um aumento significativo em relação aos níveis pré-Revolução Industrial (280 partes por milhão) (GOMES, 2018). Um relatório especial do Painel Intergovernamental sobre Mudanças Climáticas (IPCC) em 2018, juntamente com inúmeras academias científicas, sugere que a remoção de gases de efeito estufa da atmosfera é necessária, juntamente com uma extensa redução nas emissões de gases de efeito estufa para anular o pior desses efeitos (NDALILA, *et. al.*, 2022).

Além do aspecto ambiental, os geopolímeros em comparação ao cimento Portland tem se destacado também no quesito desempenho mecânico. Pesquisas têm demonstrado que os geopolímeros podem apresentar propriedades mecânicas equivalentes e, em alguns casos, superiores às do cimento Portland. Isso significa que eles podem ser utilizados como ligantes em aplicações estruturais sem comprometer a segurança e a durabilidade das construções.

Em resumo, esta pesquisa é relevante devido aos benefícios ambientais, ao desempenho mecânico e à conservação de recursos naturais que esses materiais alternativos podem oferecer. Trata-se de uma investigação essencial para o avanço da construção sustentável e a redução do impacto da indústria da construção no meio ambiente. A incorporação da escória de alto forno, que é um resíduo, na produção de materiais geopoliméricos, é uma alternativa sustentável com grande potencial de aplicabilidade.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo Geral

Avaliar o desempenho mecânico e microestrutural de pastas, argamassas e concretos Geopoliméricos produzidos a partir de Metacaulim e resíduo de Escória de Alto Forno provenientes da região norte do Brasil.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Investigar um percentual ótimo de adição de escória de alto forno na matriz geopolimérica à base de metacaulim;
- Investigar um percentual ótimo de adição de areia na argamassa geopolimérica a partir da pasta com o melhor pecentual de escória;
- Avaliar as propriedades do concreto geopolimérico a partir da melhor argamassa encontrada e compará-lo ao concreto de cimento Portland através da fixação de parâmetros pré-estabelecidos;
- Estudar o comportamento mecânico das pastas, argamassas e concretos por meio de ensaios mecânicos de resistência à compressão e tração na flexão, bem como a morfologia da região de fratura por Microscopia Eletrônica de Varredura.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. GEOPOLÍMERO

2.1.1. Aspectos Históricos

O geopolímero é considerado hoje como um material inovador e sofisticado que possui diversas aplicações (AHMAD, 2021; BLANCO, 2022; KRISHNA, 2021; ZHANG *et al.*, 2021). No entanto, indícios apontam que as pirâmides do Egito, construídas por volta de 4500 a.C., possam ter sido construídas utilizando princípios semelhantes aos dos materiais geopoliméricos modernos (DAVIDOVITS, 1991). Isso sugere que os geopolímeros podem ser considerados como uma evolução dos aglomerantes utilizados pelos antigos egípcios e romanos (DAVIDOVITS, 1994), conferindo a esses materiais uma relevância histórica significativa.

Os primeiros estudos desenvolvidos na área, trataram de materiais obtidos através da ativação alcalina por Purdon na década de 1940, envolvendo escórias industriais e solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) sintetizados com uma base e um sal alcalino (PURDON, 1940). Na década de 1950, alguns aspectos sobre a natureza das reações geopoliméricas começaram a ser investigados por uma equipe de pesquisadores soviéticos liderados pelo cientista ucraniano Victor Glukhovsky, que, sintetizou ligantes utilizando rochas vítreas, argilas, escórias siderúrgicas e álcalis (GLUKHOVSKY, 1957; VAN *et al.*, 1997).

Os estudos se intensificaram quando, na década de 1970, o cientista Joseph Davidovits foi estimulado pelo governo Francês a pesquisar materiais mais resistentes ao fogo devido aos suscetíveis incêndios que ocorriam no país. Davidovits observou que algumas construções antigas eram menos afetadas pelos incêndios que as construções modernas, fato que o motivou a estudar as pirâmides do Egito (DAVIDOVITS, 2002). No desenvolvimento dos seus estudos, produziu em 1977, a primeira resina polimérica mineral resultante da reação de metacaulim com silicato solúvel (VERMA *et al., 2020*).

Após mais alguns anos, em 1979, Davidovits patenteou o termo "geopolímero", em 1983 aplicou-o como cimento a nível industrial e disponibilizou no mercado em 1985 um cimento geopolimérico denominado Pyrament, capaz de melhorar as propriedades do cimento Portland e dos concretos comuns fabricados (DAVIDOVITS, 2008). Além disso, por ser uma classe de materiais versátil, ao longo da história o princípio do geopolímero tem sido utilizado para o desenvolvimento de resinas, adesivos e outros produtos aplicáveis na indústria automobilística, aeroespacial, metalurgia, polimérica e outras, a depender da estrutura química em termos de proporção (DAVIDOVITS, 2014).

Desde então, os geopolímeros surgiram equiparando-se em propriedades com o cimento Portland, este que, tem sido o grande protagonista no setor da construção civil (IEA, 2020). Infelizmente, trata-se também de um dos materiais mais poluidores do planeta, responsável pela emissão de 7% da taxa global de dióxido de carbono (CO₂) (ROADMAP, 2019). Isso porque a produção do cimento Portland demanda altos níveis de energia e gera aproximadamente 0,95 kg de CO₂ para cada kg de cimento produzido (DAVIDOVITS, 2013). Nesse cenário, os geopolímeros aparecem como alternativa para uma construção mais sustentável (AYENI *et al.*, 2021; HASSAN, MOHAMMED e SHARIQ, 2019; IFTIKHAR *et al*, 2020.).

Atualmente, a comunidade científica esforça-se para desenvolver e investigar cimentos geopoliméricos com subprodutos de características pozolânicas, como as escórias (MEHTA e SIDDIQUE, 2018; OZCAN e KARAKOC, 2019) e as cinzas volantes (KALOMBE *et al.*, 2020; SANDANAYAKE *et al.*, 2020; XU *et al.*, 2018) de modo a tentar alcançar um melhor desempenho, reduzir o seu nível de emissão e o seu custo, em relação ao cimento Portland. Sua aplicação atual em componentes estruturais é limitada devido à falta de padrões e códigos de projeto estrutural (KUMAR *et al.*, 2018). Mais investigações sobre comportamento e durabilidade são necessárias.

2.1.2. Características dos Geopolímeros

Os geopolímeros podem ser definidos então como uma classe de materiais sintetizados pela reação de uma solução alcalina com um pó de aluminossilicato (DAVIDOVITS, 1991; 2008). Tratam-se de uma classe de materiais poliméricos inorgânicos com grande potencial de aplicação como aglomerante, em substituição ao cimento Portland (DAVIDOVITS, 2011). São também conhecidos como polissialatos, uma nomenclatura adotada para a abreviatura de polisilico-aluminatos, provenientes de policondensação (um tipo de reação de polimerização inorgânica, que ocorre em meio alcalino e produz um fenômeno exotérmico possibilitando a geopolimerização) (DAVIDOVITS, 1982; LODEIRO, JIMENEZ e PALOMO, 2013; VAN JAARSVELD *et al.* 1997).

A geopolimerização é o processo de reação e obtenção do geopolímero que ocorre em três etapas básicas (KHEIMI *et al.*, 2022; LODEIRO, JIMENEZ e PALOMO, 2013; YONG *et al.*, 2019): (1) os componentes ativos das matérias-primas de aluminossilicato são dissolvidos por um ativador alcalino para produzir um grande número de $[SiO_4]^-$ e $[AIO_4]$. Esta etapa é complicada e inclui a absorção de íons alcalinos aquosos nas partículas do precursor, quebra das ligações de Al-O e Si-O, hidrólise de Si⁴⁺ e Al³⁺ e formação de espécies de Si-OH e Al-OH. (2) após a quebra das ligações, os monômeros dissolvidos de SiO₄ e AlO₄ polimerizam em oligômeros ou géis, e (3) a rede de géis se reorganiza, aumentando ainda mais a ordem estrutural local e formando um produto sólido final com elevada resistência, dureza, estabilidade química e durabilidade (DAVIDOVITS, 2008; DUPUY *et al.*, 2019; MADANI *et al.*, 2020).

Ocorrida a geopolimerização, o silicato e o aluminossilicato estarão ligados por átomos de oxigênio em um arranjo de redes tetraédricas tridimensionais com os cátions da solução alcalina: Sódio (Na+) ou Potássio (K+) (DUPUY *et al.*, 2019), como ilustra a Figura 1 adaptada de Pinto (2006):





Fonte: Pinto (2006).

Segundo Davidovits (1991), essa rede tridimensional identificada nos geopolímeros pode ser representada pela fórmula geral descrita na equação 1:

$$R_n[-(SiO_2)_z - Al_2O_3]_n \cdot wH_2O$$
 EQ. (1)

onde,

- *R* representa um cátion (sódio, potássio);
- *n* é o grau de policondensação;
- z tem valor 1, 2 ou 3;
- w é o número de moléculas de água.

As diferentes formas de síntese dos geopolímeros podem proporcionar um produto final com diversos comportamentos mecânicos, químicos e térmicos de acordo com os materiais empregados ou a variação de suas razões molares. Vários autores (FILIPPONI, 2022; KHEDMATI, 2018; TANG, 2022; OZER e SOYER-UZUN, 2015, WANG *et al.*, 2005;) concordam que as propriedades dos geopolímeros são sensíveis às razões molares e pequenas alterações podem levar a grandes diferenças na qualidade do produto obtido. Davidovits propôs uma classificação em três categorias baseando-se na relação atômica entre silício (Si) e alumínio (Al) como mostra a Tabela 1.

Razão Si/AL	Classificação	Estrutura
1/1	Poli (sialate) (Si-O-Al-O)	SiO4 AI AIO4
2/1	Poli (sialate-siloxo) (Si-O-Al-O-Si-O)	
3/1	Poli (sialate-disiloxo) (Si-O-Al-O-Si-O-Si-O)	

Tabela 1 - Estrutura dos Geopolímeros.

Fonte: Adaptado de Davidovits (1991).

A nomenclatura "sialato" é uma abreviação de sílico-oxo-aluminato e consiste em tetraedros de SiO₄ e AlO₄ que se ligam entre si pelo fato de compartilharem o mesmo átomo de oxigênio (DAVIDOVITS, 1991). Davidovits conseguiu ainda resumir os possíveis tipos de materiais que podem ser formados em função da razão Si/Al e do campo de aplicação. Esses materiais e suas aplicações encontram-se resumidos na Tabela 2 (DAVIDOVITS, 2002).

As relações Si/Al baixas, entre 1 e 3, formam uma rede tridimensional muito rígida que favorecem a obtenção de altas resistências mecânicas. Razões muito altas, acima de 15,

promovem cadeias lineares de menor resistência mecânica, mas que ainda conferem propriedades interessantes de caráter mais poliméricos (DAVIDOVITS, 2002). A caracterização da fonte de aluminossilicato e a determinação de sua reatividade são de extrema importância, pois estimam a quantidade de silicatos e aluminatos reativos, que pode ser influenciada pela distribuição ou finura do tamanho de suas partículas (DAVIDOVITS, 2002).

Gama de aplicações do geopolimero			
Razão Si/Al Aplicações			
	- Tijolos		
1/1	- Cerâmica		
	- Proteção ao fogo		
2/1	- Cimentos e concretos com baixa emissão de gás carbônico		
2/1	- Encapsulamento de resíduos tóxicos e radioativos		
	- Compósitos com fibra de vidro para proteção ao fogo		
2/1	- Equipamentos de fundição		
5/1	- Compostos resistentes ao calor, de 200 a 1000 °C		
	- Ferramentas para aeronáutica		
>3/1	- Selantes para a indústria, de 200 a 600 °C		
	- Ferramentas para aeronáutica		
20 - 35/1	- Compósitos com fibra resistentes ao calor e ao fogo		

 Tabela 2 - Gama de aplicações do geopolímero conforme razão Si/Al.

 Como do aplicações do geopolímero

Fonte: Davidovits (2002).

2.2. MATÉRIAS-PRIMAS

A matéria-prima dos geopolímeros é praticamente inesgotável, pois os aluminossilicatos representam mais de 75% da parte sólida inorgânica da crosta terrestre, estando presentes na maioria das rochas e dos solos que resultam da desagregação física e química das rochas (KUMAR *et. al.*, 2019; LENHARDT *et. al.*, 2021; PIOTR, 2019). Embora haja uma variedade de materiais que podem ser utilizados como fonte de aluminossilicatos, o metacaulim apresenta resultados relevantes na literatura em relação aos outros (DAVIDOVITS, 1991). Como fonte de cálcio, trazendo diversas vantagens e características ao geopolímero, a escória de alto forno se destaca, bem como os hidróxidos de sódio e potássio e o silicato de sódio como fonte complementar de silício.

2.2.1. Caulim e Metacaulim

O caulim é um silicato aluminoso hidratado, formado essencialmente por caulinita, nacrita, haloisita e outros minerais encontrados em depósitos residuais, hidrotermais e sedimentares (HUBER, 1949; LUZ, 2000). É constituído quimicamente de alumínio (Al), silício (Si), átomos de oxigênio (O), e grupamentos hidroxila (OH) - Al₂Si₂O₅(OH)₄ (Silicato de Alumínio) (PRASAD, REID e MURRAY, 1991). Possui cerca de 45% de silício, 40% de alúmínio, 14% de água e outros elementos em menor quantidade, como ferro, titânio, manganês, magnésio, potássio e sódio (XIN *et al., 2020*).

O processo de transformação do caulim em metacaulim é feito com tratamento térmico denominado calcinação em temperaturas pré-definidas, que variam entre 600°C e 900°C (DAVIDOVITS, 1999). Em temperaturas superiores a 900°C, o metacaulim tende a se cristalizar novamente transformando-se em espinélio Al/Si, que após 1100°C, se torna mulita e na forma alotrópica da sílica (SiO₂), a cristobalita (GRANIZO *et al.*, 2000; GRIM, 1962). Na transformação, ocorre um tipo de reação química de dissociação, denominada desidroxilação, que é a liberação de água, conforme mostra a Equação 2 (ELDEEB *et al.*, 2019; JANKOVIĆ *et al.*, 2018).

$$Al_2Si_2O_5(OH_4) \xrightarrow{600-900^{\circ}C} Al_2Si_2O_5 + 2H_2O \qquad \text{EQ. (2)}$$

$$\xrightarrow{Desidroxilacão}$$

O processo de calcinação remove quase totalmente os grupos estruturais de hidroxila da caulinita presente no caulim, destruindo sua estrutura em camadas empilhadas e alternadas de tetraedros de dióxido de silício e octaedros de hidróxido de alumínio, criando assim uma instabilidade química pela mudança do número de coordenação do alumínio de VI para IV (GRANIZO *et al.*, 2000). Essa transformação pode ser investigada através de Difração de Raios X do pó (ALOUANI *et al.*,2019), microscopia eletrônica de transmissão (BERGAYA *et al.*, 1996), espectroscopia no infravermelho (GUATAME-GARCIA *et al.*, 2018), etc., onde é possível ver a temperatura e o ângulo em que a estrutura da caulinita sofre desorganização. Após comprovação, tem-se então um material pozolânico silicoaluminoso reativo em meios alcalinos capaz de formar materiais cimentantes.

Para a aplicação em cimento Portland, a NBR 15894-1/2010 especifica os valores limites para o metacaulim (Tabela 3), já que sua reatividade é variável devido a cada caulim possuir uma composição química diferente.

NBR 15894-1/ 2010	
Propriedades Físico-Químicas	Valores Limites
SiO ₂	44% a 65%
Al_2O_3	32% a 46%
CaO + MgO	< 1,5%
SO_3	< 1%
Na ₂ O	< 0,5%
Eq. Alcalino Na ₂ O	< 1,5%
Umidade	< 2%
Perda ao Fogo	< 4%
Resíduo #325	< 10%
Desempenho com Cimento (7 dias)	> 105%
Atividade Pozolânica Chapelle	>750mg Ca(OH)2/g
Área Específica BET	150.000 cm ² /g

Tabela 3 - Valores limites para o metacaulim.

Fonte: NBR 15894-1/2010.

Os percentuais ideais devem estar de acordo com a NBR 15894-1/2010, ainda que seja para aplicação em cimento Portland. O metacaulim tem sido utilizado como matéria-prima para a preparação de geopolímeros por décadas devido ao seu alto teor de componentes silício-alumínio (FARIS *et al.*, 2018) e bom desempenho quando exposto a altas temperaturas.

As propriedades termodinâmicas de geopolímeros à base de metacaulim, escória de alto forno, hidróxido de potássio e silicato de sódio alcalino foram investigadas por Porto *et al.* (2018) através dos ensaios mecânicos antes e após a exposição a temperaturas de 80°C, 160°C, 240°C, 500°C e 800°C variando o tempo em 30, 60 e 120 minutos. Os resultados termomecânicos e microestruturais, mostraram que os geopolímeros permanecem íntegros e mantendo suas características estruturais sem apresentar degradação significativa até 500°C.

O geopolímero com metacaulim supera o desempenho térmico de pastas e argamassas de cimento Portland, como mostra o estudo de Wanderley *et al.* (2021). Os autores investigaram condutividade, difusividade, resistividade e capacidade calorífica. Constataram-se reduções da condutividade e da difusividade, e aumentos da capacidade calorífica e da resistividade térmica

das amostras de geopolímero em comparação às amostras de argamassa e pasta de cimento Portland. Com isso, se torna viável sua aplicação também em sistemas construtivos que visem a obtenção de conforto térmico e redução de energia na climatização de ambientes.

2.2.2. Escória Granulada de Alto Forno

A Escória Granulada de Alto Forno é um subproduto proveniente das siderúrgicas que se forma no interior dos fornos a partir da fusão do minério de ferro e gotejamento de ferro gusa líquido (ABDILA *et al.*, 2022).

O processo produtivo da Escória Granulada de Alto Forno se inicia no alto forno com a entrada da mistura de minério de ferro e combustível, que pode ser carvão de coque ou carvão vegetal (NEHRING *et al*, 2020). As altas temperaturas de 900°C a 1200°C proporcionam a fusão do minério de ferro e o gotejamento de gusa líquido, que cai no interior do cadinho na parte inferior do forno gerando tanto escória como gases poluentes (ARCELLORMITTAL, 2021).

As siderúrgicas que utilizam altos fornos alimentados com carvão de coque geram escória básica, e a utilização de carvão vegetal gera escória ácida (COSTA, 2019). Esta classificação é feita com base na relação entre CaO e SiO₂ onde valores menores que 1 representam escórias ácidas e maiores que 1 escórias básicas. Normalmente, sílica, cálcio, alumínio, magnésio e oxigênio são mais de 95% da sua composição (NEHRING *et al.*, 2020).

De 200 a 250 kg de escória aproximadamente, são gerados a cada tonelada de ferro gusa produzido, quantidade que varia de acordo com o combustível utilizado, assim como sua composição (KUMAR *et al*, 2019). Em 2019, de 320 a 384 milhões de toneladas de escórias de alto-forno associadas à produção global de ferro bruto foram produzidas (USGS, 2020). Essas escórias têm sido uma mercadoria valiosa para as indústrias de construção e têm sido foco de crescente interesse de pesquisa (MEHTA e SIDDIQUE, 2018; OZCAN e KARAKOC, 2019; SITARZ *et. al.*, 2020)

Quando resfriada por meio de jatos de água sob alta pressão, não havendo tempo suficiente para formação de cristais, forma grânulos que apresentam propriedades aglomerantes e, quando resfriada lentamente, grande parte de sua estrutura torna-se cristalina (NEHRING *et. al.*, 2020).

No geopolímero, a escória pode conferir maiores resistências finais, trabalhabilidade, menor porosidade, permeabilidade, plasticidade, aumento da resistência à corrosão por cloretos e sulfatos e maior durabilidade (HAGER, SITARZ e MRÓZ, 2021; HUI-TENG *et. al.*, 2020; HUAJUN, 2021; SITARZ, 2020). Para o concreto endurecido, a utilização de escória pode contribuir para melhorar a resistência à compressão (AZIZ, 2020; MEHTA, 2018; PORTO, 2019). Isso porque a escória funciona como fonte de cálcio se alojando nos interstícios tetraédricos tornando a estrutura do produto mais compacta e diminuindo os poros (PINTO, 2006).

Porto (2019) investigou a quantidade ideal de escória em pastas geopoliméricas produzidas a partir de metacaulim, hidróxido de potássio e silicato de sódio com 7 dias de cura variando a quantidade de escória na massa seca em 0%, 35%, 45%, 55%, 60% e 65%. A presença de escória na proporção ideal de 45% contribuiu para uma menor concentração de espaços vazios, densificação, superfície lisa e sem presença de materiais não reagidos em comparação com as outras. Essa fonte de cálcio é importante para o geopolímero na quantidade adequada, caso contrário, atinge saturação, tornando-se um material inerte.

Aziz *et. al.*, (2020) estudaram a resistência do geopolímero produzido somente com escória de alto forno, hidróxido de sódio e silicato de sódio variando as proporções sólido/líquido (de 1,0 a 3,0) e ativador alcalino (de 1,5 a 2,5) em diferentes composições. A composição ideal foi observada com razão sólido/líquido de 3,0 e razão de ativador alcalino de 2,5, que exibiu a maior resistência de 168,7 MPa. Isso demostra que com percentuais muito baixos de escória, a quantidade de cálcio não é suficiente para preencher os interstícios, enquanto que uma razão sólido/líquido muito grande, resulta em material não reagido e consequentemente, com resistência menor. Por isso a dosagem ideal de escória no geopolímero é tão importante.

2.2.3. Ativadores Alcalinos

Os ativadores são de suma importância para a obtenção de ligantes geopoliméricos, pois a resistência máxima atingida pelos materiais depende fortemente do módulo do ativador (CHOI *et. al*, 2019; HASNA *et. al.*, 2020; ROCHA *et. al.*, 2018). Eles são os responsáveis pela dissolução dos aluminossilicatos e quebra das ligações da matéria-prima em um meio aquoso e com condições altamente alcalinas, portanto, é necessário um ativador de concentração elevada (HASNA *et. al.*, 2020).

Os mais utilizados são os compostos de pH elevado como: hidróxidos de metais alcalinos, silicatos, aluminatos, carbonatos, sulfatos ou bases orgânicas. Alguns trabalhos recomendam o uso de ativadores compostos de hidróxido com seu respectivo silicato, por esses proporcionarem maiores resistências à compressão (VAN JAARSVELD; VAN DEVENTER; LORENZEN, 1997).

2.2.3.1. Hidróxido de sódio

O hidróxido de sódio ou soda cáustica, é usado na indústria, principalmente como base química, na fabricação de papel, tecidos, detergentes, alimentos e biodiesel (DUXSON *et al.*, 2005; FERNÉNDEZ-JIMÉNEZ e PALOMO, 2005; KURT e BITTNER, 2006). Trata-se de um produto químico muito solúvel em água, produzido pelo processo cloro-alcalino de base forte cujo a fórmula química é NaOH. Sua solução aquosa é altamente alcalina, reage de uma maneira muito forte espontaneamente com ácidos e sua produção é geralmente feita através do mecanismo de cloro-alcalino com emissão de gases nocivos (CO₂) no ambiente (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009).

A diluição do NaOH na água provoca um aumento da temperatura (entalpia) e uma libertação de calor (reação exotérmica) que aumenta proporcionalmente com o aumento da concentração (SILVA *et al.*, 2014). O NaOH é o hidróxido mais utilizado no processo de ativação alcalina, devido ao seu baixo custo, baixa viscosidade, alta disponibilidade no mercado comercial e por ter certa facilidade de dissolução das partículas de aluminossilicatos (KURT e BITTNER, 2006).

O uso de NaOH na engenharia civil deve-se ainda à sua capacidade de aumentar e manter o pH a um valor maior ou igual a 12,4 para facilitar as reações químicas que ocorrem entre as partículas do solo e os aditivos adicionados na mistura solo-cimento, promovendo o aumento da resistência do material. (VAFAEI e ALLAHVERDI, 2017).

Brito *et al.* (2019) avaliaram o desempenho mecânico dos geopolímeros sintetizados com diferentes concentrações molares de NaOH (5, 15, 30 e 40 Molar) no ativador. Como ativador utilizou-se hidróxido de sódio (NaOH) e silicato de sódio (Na₂SiO₃) alcalino 10 Molar. Os geopolímeros sintetizados com 5 e 15 M de NaOH apresentaram alta resistência a compressão (40,8 MPa com 28 dias), enquanto que os geopolímeros sintetizados com 30 e 40 M de NaOH apresentaram baixa resistência a compressão. Os autores destacam que o excesso

de hidróxido de sódio, além de causar carbonatação, diminui a resistência mecânica, aumenta a porosidade e também ocorre uma imediata reação de geopolimerização, ocasionando em uma rápida cura.

A influência da concentração de hidróxido de sódio nas propriedades mecânicas do geopolímero usando a escória como precursor e o metassilicato de sódio como fonte alternativa de silício foi investigada por Silva *et al.* (2014). Utilizando três concentrações de hidróxido de sódio: 6 mol/L, 8 mol/L e 10mol/L, concluíram que quanto maior a concentração, maior a quantidade e tamanhos de poros, e, menor a resistência à tração flexão, como mostra a Figura 2. A concentração da solução de NaOH influencia diretamente na velocidade de ganho de resistência, uma vez que afeta a taxa e a quantidade de dissolução da escória.



Figura 2 - Resistência à tração na flexão do geopolímero para diferentes concentrações de hidróxido de sódio.

Fonte: Adaptado de SILVA et al., (2014).

2.2.3.2. Hidróxido de Potássio

Também conhecido como potassa cáustica, o hidróxido de potássio (KHO), é um sólido branco vendido como lâminas ou barras, solúvel em água, etanol e levemente em éter. Possui átomos maiores que do hidróxido de sódio e tendência natural de associar-se com as moléculas de água, logo, apresentam grande potencial de reação e maior grau de condensação (VAN *et al.*, 1997).

Na síntese de geopolímeros, os cátions do potássio agem da ordenação das moléculas de água e na solubilização das espécies para iniciar o processo de nucleação que conduzirá à formação da estrutura (WANDERLEY *et al*, 2021). Quanto maior o tamanho do cátion, por

exemplo, K+, mais favorecida é a formação de maiores oligômeros de silicato na qual o aluminato prefere se ligar. Logo, precursores ativados com KOH apresentam maior resistência à compressão em comparação com geopolímeros sintetizados a partir de soluções de NaOH (PHAIR e VAN DEVENTER, 2002).

Joshi e Kadu (2012) prepararam o ativador alcalino usando silicato de sódio e hidróxido de sódio (NaOH) com concentração molar variando de 8M a 16M e a relação de massa de silicato de sódio para hidróxido de sódio variou de 1,75 a 3,0, onde obtiveram resistências mais baixas comparando-as com os geopolimeros formulados com Silicato de potássio e Hidróxido de Potássio (KOH).

Em seus estudos, Gharzouni *et al.* (2015) descobriram que os geopolímeros fundamentados em uma mistura de silicato de potássio e KOH apresentaram propriedades mecânicas mais altas comparadas àquelas baseadas em misturas de silicato de sódio e NaOH ou silicato de potássio / NaOH. Davidovits (2013) afirma que compostos de potássio podem atingir o dobro da resistência mecânica a compressão que compostos de sódio, sendo indicado pelo autor a utilização preferencial do silicato de potássio como ativador alcalino. Também houve casos que a ativação com sódio apresentou melhores resultados.

A escolha entre NaOH ou KOH precisa levar em conta as características de cada um. O hidróxido de sódio é menos expansivo, no entanto ele possui uma perda significativa de solubilidade em baixas temperaturas, levando até mesmo a precipitações. Além disso, o hidróxido de sódio tende a ser mais viscoso que o hidróxido de potássio (WEERDT, 2011).

2.2.3.3. Silicato de sódio

Os silicatos são compostos que geralmente consistem em tetraedros [SiO4]⁻⁴, que podem ocorrer de forma isolada ou se unir como polímeros através de moléculas de oxigênio. Eles podem se organizar em cadeias, camadas ou sistemas tridimensionais (SJÖBERG, 1996). De acordo com Lagaly *et al.* (2000), os silicatos são substâncias que possuem pelo menos um óxido iônico de silício (SiOx), que normalmente apresenta baixa solubilidade em água em condições normais.

O silicato de sódio é amplamente utilizado na indústria do cimento para diversas aplicações. Ele desempenha papéis importantes, como redutor de umidade durante o processo de produção do clínquer, ativador de cimento de escória, acelerador de pega em concreto

projetado, aditivo protetor para fibras vegetais em compósitos de cimento e sistema de proteção de superfície para concreto (MEHTA; MONTEIRO, 2014; FILHO *et al.*, 2003).

Os silicatos de sódio comerciais são utilizados como fonte complementar de sílica (solúvel na solução ativadora) na produção do geopolímero, e leva à formação de uma estrutura compacta e densa, com alta resistência mecânica (APOLONIO *et al.*, 2020). Kaur *et al.* (2017) investigaram a resistência a compressão de argamassas geopoliméricas à base de cinzas volantes em 6 amostras. Em 3 amostras usaram apenas hidróxido de sódio e nas outras 3, adicionaram silicato de sódio na proporção 2:1. Os resultados experimentais revelaram que a adição de silicato de sódio melhora o desenvolvimento de resistência em argamassas geopoliméricas. Além disso, a tendência de aumento da resistência à compressão foi encontrada com o aumento da concentração molar de hidróxido de sódio e o período de cura.

2.2.4. Outras Fontes de Aluminossilicatos

Existe uma ampla variedade de materiais ricos em aluminossilicatos reativos que podem ser utilizados para a produção dos geopolímeros, os quais são divididos em duas classes: resíduos industriais e resíduos agrícolas.

2.2.4.1. Resíduos Industriais

Os resíduos industriais são aqueles gerados em grande escala considerados como sobras, dejetos ou restos originados das atividades fabris (ANTUNES, GUIMARÃES e MARQUES, 2020). Geralmente não possuem destinação adequada e acabam sendo despejados inadequadamente em aterros sanitários (SZIGETHY e ANTENOR, 2020). No entanto, estudos mostram que alguns desses resíduos que são ricos em aluminossilicatos, podem ser reutilizados ao serem empregados na produção de geopolímeros, como mostra a revisão de Pires, Watzko e Vásquez (2019).

A cinza volante por exemplo, é um atrativo para a produção dos geopolímeros por se tratar de um resíduo proveniente das centrais termelétricas com grande escala de produção, pouca utilização e composições elevadas de silício e alumínio (AZEVEDO *et al.*, 2017; BRITO *et al.*, 2019; DOMINGOS *et al.*, 2020; PREZA *et al.*, 2020). Seu uso proporciona a diminuição de 44% a 64% nas emissões de gases estufa se comparado ao cimento Portland.
O resíduo do polimento de placas cerâmicas também pode ser utilizado como fonte parcial de aluminossilicato, constituindo o cimento geopolimérico segundo estudos de Ramos, (2017). Segundo a autora, o resíduo de placas cerâmicas sanitárias provenientes de peças defeituosas, é um material muito reativo e que promove o aumento da taxa de geopolimerização, sendo adequado para produção de geopolímeros com desempenho mecânico, densidade e absorção de água adequados para uso como aglomerantes alternativos ao cimento Portland.

Além desses, existem pesquisas de produção de geopolímero com os mais variados subprodutos de resíduos industriais escória de aciaria (PEREIRA, RAMOS e SILVA, 2018), lodo de estação de tratamento de água (SANTOS, MELO e MANZATO, 2018), etc. São fontes de aluminossilicatos que demonstraram bons resultados e trazem a enorme vantagem de reutilização.

2.2.4.2. Resíduos Agrícolas

Resíduos agrícolas são aqueles provenientes dos alimentos gerados no processamento de alimentos, fibras, couro, madeira, produção de açúcar, álcool, etc. (BURIN, 2013; LIMA, 1999; 2006; OLIVEIRA *et al.*, 2019). A reutilização desses resíduos é uma forma de cooperar com a preservação do meio ambiente, pois possibilita destinação correta e redução das deposições em locais impróprios na natureza.

A cinza de bagaço de cana-de-açúcar é um subproduto oriundo do processo de cogeração de energia elétrica composto principalmente por sílica, por isso, é muito reutilizado como agregado e/ou como aglomerante em matrizes cimentícias geopoliméricas (CRUZ, *et al.*, 2022; NETO *et al.*, 2022).

2.3. PRODUTOS GEOPOLIMÉRICOS

Os geopolímeros possuem grande potencial de aplicação na forma de resinas (MELO *et al.*, 2017; SOARES *et al.*, 2021), adesivos (PAN *et al.*, 2020), revestimentos para proteger o concreto armado contra corrosão (AGUIRRE-GUERRERO *et al.*, 2017), etc. No entanto, os produtos mais desenvolvidos e aplicados, são os dispostos na forma de aglomerantes, que empregam principalmente argilominerais. Assim como o cimento Portland da indústria

cimenteira tradicional, o cimento geopolimérico pode ser empregado como pasta, argamassa e concreto, como mostra a Figura 3.



Figura 3 - Produtos cimentícios Geopoliméricos.

Fonte: Adaptado de NOZAGO (2019).

2.3.1. Pasta Geopolimérica

De acordo com a ABNT NBR 16606/2018, a pasta é formada pela mistura do cimento em pó com água. No caso de pastas geopoliméricas, tem-se a mistura da solução ativadora com as fontes de aluminossilicato escolhidas.

Samantasinghar e Singh (2019) estudaram as propriedades frescas e endurecidas de pastas geopoliméricas à base de cinza volante e escória de alto forno com solução de hidróxido de sódio. Os resultados experimentais mostraram que as propriedades físicas e mecânicas dos ligantes são muito semelhantes às do cimento convencional e as mesmas são significativamente influenciadas pela composição química dos materiais de origem, concentração do ativador e ambiente de processamento. A consistência e os tempos de pega dos geopolímeros também estavam dentro dos limites prescritos para o cimento Portland comum.

Guimarães (2021) incorporou lama residual de concreto à pasta geopolimérica como fonte de cálcio. A pasta com incorporação de lama mostrou-se menos fluida, com tempos de início e fim de pega reduzidos; resistência à compressão axial 60% superior em 3 dias e similar em 28 dias. A autora concluiu que a lama residual de concreto pode ser usada como fonte de cálcio em matriz geopolimérica, a qual confere uma aceleração na solidificação do material e consequente melhoria no comportamento mecânico nas idades iniciais (GUIMARÃES, 2021).

Um outro estudo investigou as propriedades físicas e mecânicas de pastas de cimento geopoliméricas com adição de microfibras de aço. A pasta foi preparada com silicato de sódio, hidróxido de sódio, metacaulim, hidróxido de alumínio e a microfibra de aço. Por meio das análises dos ensaios realizados pôde-se constatar que a adição de microfibras de aço à pasta proporcionou ganhos significativos de resistência à compressão nas amostras estudadas à temperatura ambiente, variando de 17,65% a 40,18 % (MAGNUS, 2019).

Blaise *et. al.* (2019), estudaram o efeito de 0–60% de pó de calcário em pastas de geopolímero à base de metacaulim. O aumento na molaridade da solução de hidróxido de sódio acelerou o desempenho de pega das pastas. Até 45% de metacaulim nas pastas pode ser substituído pelo pó de calcário com uma contribuição positiva para a melhoria da resistência.

2.3.2. Argamassa Geopolimérica

De acordo com a norma brasileira ABNT NBR 13529:2013, a argamassa é definida como uma combinação homogênea de agregado(s) miúdo(s), aglomerante(s) inorgânico(s) e água, podendo conter aditivos ou adições, e que possui propriedades de aderência e endurecimento. A argamassa geopolimérica é produzida através da mistura da pasta geopolimérica com a areia, que é o agregado miúdo.

Uma análise comparativa entre argamassas de cimento portland e argamassas geopoliméricas envolvendo processo produtivo, emissão de carbono, resistência à compressão axial, resistência a altas temperaturas e resistência a ataques químicos e, comparação dessas propriedades, demonstrou que as argamassas geopoliméricas podem ser um material alternativo às argamassas cimentícias à base de cimento Portland (CARLI *et. al*, 2021).

A eficácia de uma argamassa geopolimérica com metacaulim, hidróxido e silicato de sódio como material para recuperação de vigas de concreto convencional foi comprovada através dos estudos de França *et. al* (2018). Os resultados sugerem que a argamassa geopolimérica possui potencial para ser utilizada como material alternativo em reparo de vigas de concreto convencional devido, principalmente, à aderência satisfatória ao concreto do substrato, à carga de ruptura próxima à da viga monolítica de referência e à melhor qualidade em relação à argamassa comercial.

Zahn et al., (2020) desenvolveram um estudo comparativo entre argamassas convencionais de cimento Portland e argamassas geopoliméricas, produzidas a partir da

mistura de metacaulin, hidróxido de sódio, sílica ativa e areia fina. Ao avaliar a resistência à compressão das argamassas, os autores constataram que as argamassas geopoliméricas apresentaram valores superiores às argamassas convencionais, como pode ser observado na Figura 4.



Figura 4 - Resistência à compressão das argamassas estudadas.

Fonte: Adaptado de ZAHN et al. (2020).

Samantasinghar e Singh (2019) estudaram as propriedades frescas e endurecidas de argamassas geopoliméricas à base de cinza volante e escória de alto forno com solução de hidróxido de sódio. Os resultados experimentais mostraram que a maior resistência à compressão de cerca de 44 MPa foi obtida para argamassa de geopolímero à base de escória de alto forno ativada com solução de hidróxido de sódio 8 M. Além disso, as argamassas exibiram excelente estabilidade contra expansão e retração.

2.3.3. Concreto Geopolimérico

Concreto é um material compósito resultante da mistura de cimento, agregados, água e aditivos químicos em diferentes proporções dependendo do desempenho pretendido (BOTELHO, 2018). O concreto é um dos materiais sintéticos mais utilizados no mundo (NAIK, 2008) e o geopolimérico possui vantagens em relação ao concreto convencional, como inércia química e resistência às altas temperaturas (DAVIDOVITS, 1994).

Alguns estudos relevantes foram feitos incorporando diversas matérias-primas na produção de concreto geopolimérico. O comportamento à fadiga do concreto geopolimérico reforçado com fibra de aço foi avaliado por ensaios de tração ciclados dinamicamente e comparado com concreto Portland comum. A resistência à fadiga do concreto geopolimérico associada ao número de ciclos até a ruptura foi, em média, superior à do concreto de cimento Portland, e, em particular, 96% superior após 7 dias de envelhecimento (SILVA *et al.*, 2022).

Em outro estudo, a combinação de cinza volante e escória de alto forno gerou aumento de densidade, de resistência à compressão e redução no tempo de pega do concreto geopolimérico (AZEVEDO, *et. al.*, 2017). Rejeito arenoso de mineração foi incorporado em matriz geopolimérica de metacaulinita nas proporções de 40-70% em massa, onde os corpos de prova resultantes atingiram resistência à compressão na ordem de 43 MPa (PEREIRA *et. al.*, 2019). Agregados geopoliméricos reciclados em concreto geopolimérico e Portland podem substituir até 20% de agregados naturais sem perda de propriedades (MESGARI *et al.*, 2020).

Investigando as matérias-primas utilizadas no concreto geopolimérico, Kumar *et al.* (2019) concluíram, que, a trabalhabilidade melhora com o aumento da proporção de silicato de sódio para hidróxido de sódio, da proporção de sólidos alcalinos para metacaulim e da proporção de água para sólidos. A resistência à compressão cresce com um aumento na razão de silicato de sódio para NaOH e melhora com um aumento na quantidade de agregado. Já o aumento da proporção de água reduziu a resistência à tração e à compressão (KUMAR *et al*, 2019).

Outro estudo importante destaca as características de resistência e durabilidade do concreto geopolimérico desenvolvido com escória de alto forno e metacaulim como ligantes e hidróxido de sódio e silicato de sódio como ativadores alcalinos. Os autores variaram as proporções de escória e metacaulim, a mistura ótima foi obtida com 80% de escória e 20% de matacaulim (PROVIS *et al.*, 2017).

O desempenho mecânico do concreto Geopolimérico (CGP) à base de metacaulim foi estudado por Dell'Osbel (2019) através de comparações da resistência à compressão com o concreto convencional CPV-ARI (CCP) em vigas reduzidas. As vigas de CCG mostraram resistência superior às vigas de CCP, enquanto as vigas de CCP mostraram constância na resistência, sem variação desta ao decorrer dos intervalos de cura. O resultado é apresentado na Figura 5.

Figura 5 - Desempenho mecânico GP x CP.



Fonte: DELL'OSBEL (2019).

A autora descreve que o CCG rompeu bruscamente apesar de apresentar uma deformação ao longo da carga aplicada e apresentar capacidade de carga superior, logo, apresenta ductilidade, porém, baixa tenacidade. A deformação foi perceptível, mas a ruptura ocorre de forma brusca (3 segundos), enquanto o CCP deforma-se bem antes de romper (8 segundos) (DELL'OSBEL 2019).

Em geral, esses estudos demonstram que o concreto geopolimérico é capaz de desenvolver propriedades tixotrópicas, elevada resistência mecânica, dureza superficial, durabilidade, pega rápida, alta resistência inicial, altas resistências à compressão e à tração na flexão, forte aderência à armadura, durabilidade ao tráfego, resistente ao calor e ao ataque de sulfatos, resistência à abrasão, etc. Ele pode ainda ser combinado com aditivos especiais e ganhar outras propriedades tais quais resistência química, ultra-alta resistência inicial e refratariedade (ROVARIS, 2018).

2.4. APLICAÇÕES DOS GEOPOLÍMEROS

Os geopolímeros são bastante versáteis em seus usos e depende muito da dosagem das matérias-primas, pois implicará diretamente nas características e propriedades finais. As razões atômicas entre o silício e o alumínio (Si:Al) nas suas estruturas, determinam as propriedades e

campos de aplicações dependendo principalmente da origem do substrato utilizado (DAVIDOVITS, 2002). Devido à sua gama de aplicações, a comercialização do geopolímero está em constante crescimento.

As principais aplicações em que os geopolímeros podem ser utilizados são aquelas que demandem ganho elevado de resistência mecânica em poucas horas, como, por exemplo, na indústria de pré-fabricados, pavimentação e tecnologia de reparo e/ou reforço dede estruturas, tornando o processo de produção muito mais rápido e eficiente.

No Reino Unido, a Banah UK, comercializa o banah-Cem[™], cimento geopolimérico, na Austrália a Zeobond comercializa o E-crete[™], concreto geopolimérico. No Brasil a Geo-Pol comercializa cimento geopolimérico em pó para aplicações em pisos, argamassas e concreto, assim como a Wincret Designer. Existem ainda fábricas de cimento geopolimérico nos Estados Unidos: Lone Star, Pyrament, Metamax; na França: Geopolymer; Alemanha: Tollit e na Nova Zelândia: MetaMax (PAIVA *et al.*, 2020).

Seu uso varia entre concreto armado e simples, peças pré-fabricadas, concretos leves, tubos, matrizes para imobilização de resíduos tóxicos, argamassas, etc. (PROVIS, 2017). Na Austrália, Canadá e Europa, o concreto geopolimérico é utilizado como matéria-prima para dormentes de ferrovias, painéis pré-fabricados de edificações, blocos, reparações de rodovias, obras de infraestrutura e outros (SONAFRANK, 2010), o que demonstra os avanços que estão sendo feitos ao redor do mundo em relação à essa tecnologia.

Aplica-se ainda como materiais de construção e pavimentação, isolantes térmicos, barreira de contenção para resíduos tóxicos e radioativos, materiais compósitos, sistemas de resinas de alta tecnologia, bem como aplicações menos usuais como em refratários resistentes à choque térmico, telhas cerâmicas e até artefatos de decoração (FORNASA, 2017). Suas propriedades proporcionam aos geopolímeros, aplicações em quase todos os domínios da indústria (PINTO, 2006).

Um dos principais e maiores exemplos de aplicação de sucesso para fins estruturais citado em vários estudos, é o edifício Global Change Institute da University of Qeensland em Brisbane, Austrália (Figura 6). Inaugurado em 2013, o centro de pesquisa é um referencial em construção sustentável, composto por lajes pré-moldadas de concreto geopolimérico à base de escória/cinza volante de 10,5 metros de comprimento em três andares, totalizando 33 painéis, o acabamento do próprio material garantiu a aparência estética, já que não foi utilizado nenhum tipo de pintura (DAVIDOVITS, 2013).

Figura 6 - Global Change Institute.



Fonte: DAVIDOVITS (2013).

Outra grande aplicação se encontra na Austrália, o aeroporto Brisbane West Wellcamp Airport (BWWA), mostrado na Figura 7, no qual foram utilizados 40.000 m³ (100.000 toneladas) de concreto geopolimérico, sendo o maior projeto com aplicação dessa 'nova' classe de concreto no mundo. Com isso, evitou-se a emissão de 6.600 toneladas de gás carbônico na atmosfera (INSTITUTE, 2015).

Figura 7 - Obras de Pavimentação no BWWA e BWWA em funcionamento.



Fonte: Glasby, et al. (2015).

Hoje em dia, seu uso não se restringe à construção civil. Devido à boa resistência ao calor, os geopolímeros têm sido estudados como parte integrante de compósitos e pode se aplicar em diferentes áreas, onde a resistência ao calor é fundamental, como é o caso dos aviões comerciais, das plataformas marinhas, dos barcos e dos transportes terrestres, onde o risco de incêndio é um dos principais fatores em termos de design devido às saídas restritas (DAVIDOVITS, 2002).

Diante do exposto, esta pesquisa visa contribuir para o âmbito acadêmico ao investigar as propriedades mecânicas dos geopolímeros produzidos à base de metacaulim com adição de escória de alto forno por meio de ensaios físicos dos precursores, ensaios de compressão e tração na flexão e análise microestrutural, visando sua aplicação em obras civis, indústrias de pré-moldados e pavimentação.

Reconhecendo a importância do assunto, a presente pesquisa visa colaborar com a avaliação de seus benefícios e desafios, bem como promover ainda mais sua adoção sustentável na indústria da construção. Isso porque, o estudo contínuo dos geopolímeros permite aprimorar suas propriedades, explorar novas aplicações e contribuir para a busca por soluções mais sustentáveis e eficientes no setor da construção.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste tópico, são apresentados os materiais, métodos e equipamentos utilizados nesta pesquisa. Foram realizados estudos de adição de escória de alto forno nas pastas, adição de areia nas argamassas, e por fim, a confecção do concreto geopolimérico variando a adição de brita 0 e comparando ao concreto de cimento Portland CPV de alta resistência inicial.

O estudo foi essencialmente experimental desenvolvido no Laboratório de Práticas Tecnológicas da Universidade Federal do Pará (LAPTec - UFPA), campus Ananindeua. Os experimentos adotados foram realizados e executados em seis etapas distintas que seguem a ordem cronológica em que as atividades foram realizadas. A Figura 8 apresenta essas etapas de forma resumida.



Figura 8 - Etapas de pesquisa.

Fonte: Autora, 2023.

Cada etapa desta pesquisa foi realizada em conformidade com as Normas Regulamentadoras concernentes a cada procedimento.

3.1. MATERIAIS

Os materiais utilizados para a preparação das pastas, argamassas, concreto geopolimérico e do concreto Portland, são descritos nos tópicos a seguir. Estes tópicos têm a finalidade de descrever a origem das matérias-primas utilizadas destacando marcas, fornecedores, características físicas, químicas, morfológicas, visuais, etc., por meio de ensaios físicos e dados dos fabricantes. Nesta etapa, reuniu-se o máximo possível de informações a fim de enriquecer esta pesquisa e melhorar o efeito comparativo dos resultados finais com a literatura, visto que a qualidade/composição de alguns materiais variam de acordo com a procedência.

3.1.1. Precursores Geopoliméricos

3.1.1.1. Metacaulim

Para a obtenção das pastas, argamassas e concreto geopolimérico foi utilizado metacaulim, como principal fonte de silício e alumínio. O material foi adquirido comercialmente na forma de Caulim, fornecido pela empresa de tintas Vivace, de Ananindeua/PA. A transformação do caulim em metacaulim foi feita em laboratório, através do procedimento de calcinação descrito na seção 3.2.1.1.

3.1.1.2. Escória de Alto Forno

A escória utilizada neste trabalho foi a Escória Granulada Básica de Alto Forno adquirida comercialmente em grânulos com nomenclatura adotada nesta pesquisa de "escória de alto forno". O resíduo foi empregado como fonte suplementar de cálcio no geopolímero. O processo de cominuição foi feito em laboratório e é descrito na seção 3.2.1.2.

3.1.2. Ativadores Alcalinos

3.1.2.1. Hidróxido de Sódio

Para promover a ativação alcalina da reação, optou-se pelo uso de hidróxido de sódio (NaOH) fornecido pela empresa Êxodo Científica, por ser de menor custo e mais frequentemente usado pelo grupo de pesquisa. O NaOH é disposto em formas de pastilhas anidras com 97,5% de pureza, e possui as características apresentadas na Tabela 4.

ESPECIFICAÇÕES			
Cor	Branca		
Estado Físico	Escamas		
Cloreto de Sódio	0,03%		
Carbonato de Sódio	0,6%		
Solubilidade em Água	Total		

Fonte: Êxodo Científica.

3.1.2.2. Silicato de Sódio

O Silicato de Sódio (Na₂SiO₃) utilizado como fonte suplementar de silício para o geopolímero foi fornecido também pela empresa Êxodo Científica. Suas características são mostradas na Tabela 5.

Tabela 5 - Características do Silicato de Sódio.					
	ESPECIFICAÇÕES				
	pH	11 - 13			
	SiO_2	56 - 60%			
	Na ₂ O	23 - 26%			
	Relação SiO ₂ / Na ₂ O	2,28 - 2,4%			
	Cor	Branco			
	Umidade	10%			
	Estado Físico	Pó			
	Massa Específica	26 g/cm ³			
	Solubilidade em Água	Total			

Fonte: Êxodo Científica.

3.1.3. Cimento Portland CPV-ARI

Para efeito comparativo com o concreto geopolimérico, foi utilizado o Cimento Portland de Alta Resistência Inicial (CP V-ARI) da marca Mizu normatizado pela NBR 16697 (2018) e fornecido pela empresa de concreto usinado Polimix.

Essa escolha se justifica por se tratar de um cimento que, devido seu processo de fabricação, tem alta reatividade nas primeiras horas de aplicação e alcança valores elevados de resistência à compressão em comparação com os outros tipos de cimento, características estas semelhantes ao geopolímero.

Suas principais características físicas e químicas segundo a NBR 16697, são descritas na tabela 6.

Resíduo Insolúvel	Perda ao Fogo	Res. à compressão (mpa)	Finura	Tempo	de pega
≤1,5	≤4,5	7 dias	Passante na peneira 75 μm	Início (h)	Fim (h)
		≥ 24	$\le 6,0$	≥ 1	≤10

Tabela 6 - Características físicas do CP V - ARI.

Fonte: ABNT NBR 16697 (2018).

3.1.4. Agregados

3.1.4.1. Agregado Miúdo

Foi utilizado como agregado miúdo a areia comercial (Figura 9), passante na peneira de 4,8 mm, proveniente da região metropolitana de Belém. As partículas foram lavadas e secas em estufa da marca Sterilifer à temperatura de 100 ± 5 °C por 24 horas, de acordo com a NBR 7211 (2022).

Figura 9 - Agregado miúdo (areia).



Fonte: Autora, 2023.

3.1.4.2. Agregado Graúdo

Como agregado graúdo foi utilizado a brita de graduação zero (Figura 10) com dimensões entre 4,8 mm a 9,5 mm segundo as especificações da Norma NBR 7211 (2022). Para esta pesquisa, a brita zero foi lavada e seca em estufa da marca Sterilifer à temperatura de 100 \pm 5 °C por 24 horas, de acordo com a NBR 7211 (2022).

Figura 10 - Agregado graúdo (brita zero).



Fonte: Autora, 2023.

3.1.5. Água

A água utilizada nos ensaios foi proveniente do sistema de abastecimento da cidade de Ananindeua. Por se tratar de um recurso público, é submetido a um tratamento que obedece a padrões nacionais da portaria vigente nº 5 do Ministério da Saúde (BRASIL, 2017).

3.2. MÉTODOS

Nesta seção serão apresentados os métodos, equipamentos empregados e os ensaios aos quais os corpos de prova foram submetidos, bem como as etapas e sequência de desenvolvimento do trabalho.

3.2.1. Beneficiamento das matérias-primas

Os ativadores alcalinos utilizados para a produção do geopolímero foram adquiridos prontos para uso, no entanto, os materiais em pó necessitaram passar por algumas etapas de transformação e beneficiamento descritas adiante.

3.2.1.1. Calcinação do Caulim

Após estudos preliminares de calcinação dentro das faixas de tempo e temperatura expressos pela literatura (ARAÚJO *et al.*, 2021; LIMA, 2004), o caulim foi calcinado à temperatura de 850°C por um período de duas horas em forno mufla de marca SolidSteel (Figura 11a), com capacidade de aquecimento de até 1200 °C.

A Figura 11 mostra o processo de calcinação. Primeiramente, o forno mulfa é préaquecido até 850°C, em seguida 700 gramas de caulim foram calcinados por vez em cadinho refratário. Ao completarem-se as duas horas o cadinho é retirado (Figura 11b) e reservado para resfriamento em temperatura ambiente (Figura 11c) por aproximadamente 30 minutos. Por fim, na Figura 11d, o metacaulim está pronto para a produção do geopolímero. 6 (a) (b) (c) (d)

Figura 11 - Processo de calcinação do caulim: (a) Forno mufla; (b) cadinho sendo retirado do forno mufla; (c) resfriamento e (d) metacaulim pronto para uso.

Fonte: Autora, 2023.

3.2.1.2. Beneficiamento da Escória de Alto Forno

As partículas da escória granulada de alto forno passaram pelo processo de secagem em estufa por 24 horas à temperatura de 100±5°C afim de eliminar qualquer umidade. O processo de cominuição destes grãos foi feito em moinho de jarro e é apresentado na Figura 12. No moinho, foram utilizadas sete bolas com peso individual de 100 gramas em um tempo padronizado de 1h30min para cada 500 gramas de escória. Por fim, a escória passou pela etapa de peneiramento em agitador mecânico nas peneiras de abertura 300, 180, 150 e 75 µm. O material utilizado para a realização dos ensaios foi o passante na peneira de 75 µm, pois a finura do cimento Portland é determinada pela NBR 11579:2013 nesta peneira.



Figura 12 - Escória Granulada de Alto Forno: (a) partículas de escória após secagem; (b) moinho de jarro onde foi feito a moagem da escória; (c) escória após ser moída e (d) escória em pó após peneiramento.



Fonte: Autora, 2023.

3.2.2. Ensaios Físicos dos Pós

Foram realizados ensaios físicos dos pós de caulim, metacaulim e escória de alto forno com a finalidade de investigar algumas de suas características, analisar possíveis falhas, verificar o comportamento do material sob condições de trabalho e principalmente, interligar eventuais variações com a qualidade do resultado final. Essa investigação deu-se por meio dos ensaios de índice de finura, perda ao fogo, teor de umidade e granulometria. Os resultados encontrados são apresentados e discutidos separadamente na seção 4.1.

3.2.2.1. Índice de Finura dos pós

A determinação do Índice de Finura dos pós de metacaulim e escória foi feita pelo procedimento descrito na NBR 11579:2013 – Cimento Portland – Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 μ m (n° 200). Não foi possível realizar este ensaio no pó de caulim, por conta da umidade do mesmo.

Para a realização do ensaio, aproximadamente $50 \pm 0,05g$ de material em pó foram pesados em balança com precisão de 0,01g e dispostos na peneira de peneira de 75 µm com fundo e realizadas as etapas peneiramento manual segundo a norma citada.

Todo o material passante foi desprezado e partiu-se a para a etapa final de peneiramento feita com movimentos rápidos de vaivém por 60 segundos e girando o conjunto \pm 60° (1/6 de volta) a cada 10 segundos. A tela mais um a vez foi limpa e o material do fundo transferido para o vidro relógio para ser registrado. Esta etapa foi repetida até que a massa passante fosse inferior a 0,05g. Por fim, o material retido na peneira foi pesado. Os materiais e equipamentos utilizados no ensaio são mostrados na Figura 13.

Figura 13 - Peneira com fundo e tampa, balança, pincel e Becker utilizados no ensaio de finura.



Fonte: Autora, 2023.

O cálculo do índice de finura foi feito através da Equação 3:

$$[IF] = \frac{r \ x \ Fc}{m} \ x \ 100$$
 EQ. (3)

Onde:

IF é o índice de finura;

r é o resíduo retido na peneira 75 micrômetros em gramas;

Fc é o fator de correção da peneira utilizada no ensaio com valor igual a 1;

m é a massa inicial.

3.2.2.2. Perda ao Fogo dos pós

A determinação da quantidade de perda ao fogo, no caulim, metacaulim e escória de alto forno, foi feita pelo procedimento descrito na ABNT NBR NM 18:2012 – Cimento Portland: Análise química – Determinação da perda ao fogo.

O ensaio consistiu em pesar cerca de $1,00 \pm 0,001$ g de material (caulim, metacaulim e escória) em balança com precisão de 0,01g, adicionar o pó a um cadinho de porcelana e calcinar em forno mufla à temperatura de 950°C por um tempo mínimo de 50 min. Feito isso, a amostra foi seca em dessecador para o resfriamento da amostra sem absorção de umidade e em seguida, pesada. A Figura 14 ilustra os principais procedimentos do ensaio.

Figura 14 - (a) Cadinhos com os pós de caulim, metacaulim e escória de alto forno; (b) cadinhos em forno mulfa; (c) materiais em dessecador.



(a)

(b)



Fonte: Autora, 2023.

A porcentagem de perda ao fogo foi determinada através da Equação 4:

$$[Perda \ ao \ Fogo] = \frac{m_1 - m_2}{m} \ x \ 100$$
 EQ. (4)

Onde:

 m_1 é a massa do cadinho mais a massa da amostra ensaiada, em gramas; m_2 é a massa do cadinho mais a massa da amostra após a calcinação, em gramas; *m* é a massa da amostra utilizada no ensaio, em gramas.

Segundo a NBR, a perda ao fogo deve ser menor que 4%.

3.2.2.3. Teor de umidade dos pós

A determinação do teor de umidade dos pós de caulim, metacaulim e escória foi feita pelo procedimento descrito na ABNT NBR 6457:2016 - Amostras de solo - Preparação para ensaio de compactação e ensaios de caracterização.

O ensaio consistiu em pesar 30 gramas de cada material (caulim, metacaulim e escória) em balança com precisão de 0,01g, adicioná-los em cápsulas metálicas e secar em estufa à temperatura de 105°C por 24h. Feito isso, as amostras foram transferidas para um dessecador até atingir temperatura ambiente e serem pesadas novamente. Para cada amostra, foram realizados três ensaios. A Figura 15 ilustra os procedimentos realizados.

Figura 15 - (a) Pós de caulim, metacaulim e escória em cápsulas metálicas; (b) cápsulas metálicas em estufa; (c) amostras em dessecador.



Fonte: Autora, 2023.

O teor de umidade foi determinado através da Equação 5:

$$w = \frac{M_1 - M_2}{M_2 - M_3} x \, \mathbf{100}$$
 EQ. (5)

Onde:

W é o teor de umidade, expresso em porcentagem (%);

 M_1 é a massa do solo úmido mais a massa do recipiente, expressa em gramas (g):

 M_2 é a massa do solo seco mais a massa do recipiente, expressa em gramas (g)

 M_3 é a massa do recipiente expressa em gramas (g).

A ABNT NBR NM 18 estabelece que o resultado final do teor de umidade será a média de três determinações com aproximação de 0,1%.

3.2.2.4. Análise Granulométrica dos Pós

A análise granulométrica dos pós foi feita seguindo os procedimentos descritos na ABNT NBR 17054:2022 - Agregados - Determinação da composição granulométrica - Método de ensaio. O ensaio foi feito com adaptação de acordo com as peneiras disponíveis no LAPTec.

Para os pós de caulim, metacaulim e escória de alto forno foram pesados 100g, de acordo com a granulometria descrita em norma. Duas amostras de cada matéria-prima foram secas em estufa à temperatura de 100 °C por 24h até obterem massa constante. Cada amostra foi agitada em agitador mecânico e conjunto de peneiras de série normal (Figura 16) por tempo razoável (10 a 15 minutos) para permitir a separação e classificação prévia dos tamanhos de grãos da amostra.



Fonte: Autora, 2023.

3.2.3. Análise Granulométrica dos Agregados

A análise granulométrica dos agregados (miúdo e graúdo) também foi feita seguindo os procedimentos descritos na ABNT NBR 17054:2022 - Agregados - Determinação da composição granulométrica - Método de ensaio.

Para os agregados as massas pesadas foram de 1 kg de brita 0 e 0,3 kg de areia, de acordo com a granulometria descrita em norma. Duas amostras de cada agregado foram secas em estufa à temperatura de 100 °C por 24h até obterem massa constante.

3.2.4. Técnicas de Caracterização

3.2.4.1. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Esta técnica foi aplicada às matérias-primas caulim, metacaulim e escória de alto forno em pó para avaliação do grau de desordem das bandas características do material. Um espectrômetro Thermo Electron, modelo Nicolet S10 do Laboratório de Física da UFPA foi utilizado para realizar a varredura espectral de infravermelho médio das amostras, com 32 varreduras ao longo do intervalo de números de onda de 4000 a 400 cm⁻¹e resolução de 4cm⁻¹.

3.2.4.2. Difratometria de Raios-X

Esta técnica foi aplicada às matérias-primas caulim, metacaulim e escória de alto forno. As análises foram feitas na cidade de Marabá/PA em difratômetro Shimadzu, modelo XRD-7000 com tubo metálico de cobre, ângulo de varredura de 10° a 120° e passo de 0,02 s⁻¹. Para identificação das fases minerais presentes nas amostras analisadas foi utilizado o software X'pert High Score Plus, da empresa Panalytical.

3.2.4.3. Microscopia Eletrônica de Varredura

Esta técnica foi aplicada aos pós de caulim, metacaulim e escória de alto forno e às superfícies de fratura dos corpos-de-prova após o rompimento dos mesmos nos ensaios mecânicos. As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização do Museu Emílio Goeldi na cidade de Belém, utilizando Microscópio Eletrônico de Varredura da marca TESCAN, equipado com EDS da marca OXFORD INSTRUMENTS X-MANN, como mostra a Figura 17.



Figura 17 - Microscópio Eletrônico de Varredura do Museu Emílio Goeldi.

Fonte: Autora, 2023.

3.2.4.4. Fluorescência de Raios-X

Utilizando a técnica de espectrometria por fluorescência de raios-X, realizou-se uma análise química quantitativa, determinando o percentual, em óxidos, dos pós de caulim e escória de alto forno. O ensaio foi realizado utilizando o espectrômetro de fluorescência de raios-X da BrukerR, modelo S2 Ranger.

3.2.5. Obtenção das pastas, argamassas e concretos

Três procedimentos preliminares para a obtenção das pastas, argamassas e concretos geopoliméricos, foram feitos em comum para todas as formulações. Primeiramente, para o preparo da solução, o hidróxido de sódio foi dissolvido com água em misturador magnético e reservado para completar a reação exotérmica (liberação de energia em forma de calor).

Segundo, para completar a solução ativadora, após o esfriamento em temperatura ambiente, o hidróxido de sódio dissolvido foi adicionado à fonte complementar de silício em recipiente plástico e misturado até total homogeneização.

E terceiro, após pesagem de acordo com cada formulação, os pós dos precursores – metacaulim e escória de alto forno – foram previamente misturados em recipiente plástico com tampa até atingir um aspecto uniforme.

Vale ressaltar ainda que, todas as proporções em massa dos componentes geopoliméricos foram mantidos utilizando razão Na_2SiO_3 / NaOH = 1,89g. Por motivos de segurança, a quantidade em massa de cada material não foi divulgada.

3.2.5.1. Preparação da Pasta de Cimento Geopolimérico

Com o objetivo de encontrar o percentual ideal de escória na matriz geopolimérica que alcançasse melhor resistência mecânica, testes de formulações foram feitos em pastas variando a adição de escória na mistura em 0%, 30%, 35%, 40%, 45%, 50%, 55% e 60% em relação à massa seca de metacaulim.

Esses percentuais de investigação foram adotados mediante estudos do grupo de pesquisas da UFPA e autores afins que obtiveram boas resistências à compressão em sete dias (Chen *et. al.* 2021; Peng *et. al.* 2019; Porto 2019).

Para a obtenção das pastas de cimento geopolimérico, a solução ativadora de hidróxido de sódio e silicato de sódio foi misturada ao percentual mássico do material em pó (metacaulim e escória), conforme mostra a Figura 18.



Figura 18 - Procedimento de mistura para preparação da pasta geopolimérica.

Fonte: Autora, 2023.

A mistura da solução com os pós dos precursores foi feita em misturador mecânico de bancada. O procedimento adotado após estudos preliminares, consistiu em dividir as partes sólida e líquida em duas metades para serem misturadas em um tempo máximo de 3 minutos. A Figura 19 ilustra os insumos separados e pesados para cada formulação e o aspecto das pastas obtidas.

Figura 19 - Pasta geopolimérica: (a) insumos utilizados e (b) pasta pronta.



(a)

Fonte: Autora, 2023.

3.2.5.2. Preparação da Argamassa de Cimento Geopolimérico

Investigou-se o percentual ótimo de areia na mistura para a produção da argamassa geopolimérica, através de adições de 20%, 30%, 40%, 50%, 60% e 70% em relação à massa seca – metacaulim e escória de alto forno. Tais percentuais estão dentro das variáveis estudadas pelo grupo de pesquisas da UFPA (LUCAS, 2019; PORTO, 2019; SILVA 2019). Adições inferiores e superiores não foram investigadas devido à diminuição da curva de resistências observadas durante os ensaios.

A argamassa geopolimérica estudada foi feita da junção da pasta geopolimérica com o agregado miúdo, como mostra a Figura 20.



Figura 20 - Procedimentos de mistura para preparação das argamassas geopoliméricas.

Fonte: Autora, 2023.

Os procedimentos de mistura para cada formulação da argamassa geopolimérica também foram feitos utilizando misturador mecânico de bancada. A mistura da argamassa consistiu em adicionar inicialmente 100% da areia em recipiente de plástico, 80% da solução alcalina e 50% do pó dos precursores para serem misturados por 1 minuto e meio.

Por fim, foram adicionados à mistura o restante dos pós e da solução alcalina para serem agitados por mais 1 minuto e meio, totalizando então, 3 minutos de mistura. Não houve a necessidade de adição de água além da solução alcalina. Imagens da preparação da argamassa geopolimérica são mostradas na Figura 21.

Figura 21 - Preparação das argamassas geopoliméricas: (a)hidróxido, silicato e água para o preparo da solução alcalina; (b) mistura de metacaulim e escória de alto forno divididos em duas partes, areia e solução alcalina; (c) procedimento de mistura; (d) aspecto



Fonte: Autora, 2023.

3.2.5.3. Preparação dos Concretos

Os concretos foram investigados por meio de duas misturas distintas aqui chamadas de "traços" seguindo o manual de dosagem para concreto de Helene e Terzian (1992). Os autores fixaram um traço inicial 1:5 (uma medida de cimento para cinco medidas de agregados secos totais, em massa) chamado de "piloto", seguido pela confecção de dois traços complementares, um mais rico em cimento 1:3,5 e outro mais pobre 1: 6,5. Estes, são utilizados para a construção de um diagrama de dosagem onde é possível obter traços de concreto para qualquer resistência dentro da faixa de estudo utilizando a mesma família de materiais empregados.

Para cada um desses traços, existem inúmeras possibilidades, tanto ao dosar os agregados secos totais (areia e brita), quanto ao definir a relação água/cimento da mistura. A literatura indica diferenças significativas nos resultados de resistência à compressão entre os

traços citados (Bigotto, 2021; Oliveira & Fenilli, 2019). Em geral, o traço "pobre" apresenta menor resistência, devido à grande quantidade de agregados em relação ao aglomerante.

Diante disso, resolveu-se executar os traços "rico" e "piloto" nas proporções *1:1,43:2,07:0,53* (cimento : área : brita : água) e *1:1,43:3,57:0,53* (cimento: área : brita : água), respectivamente, levando em conta os estudos realizados (Bigotto, 2021; Oliveira & Fenilli, 2019) e a quantidade de matéria-prima disponível.

Para a relação água/cimento, os autores sugerem que os valores sejam adotados utilizando curvas determinadas experimentalmente estando entre 0,35 e 0,70. Um valor médio de 0,53 foi adotado para a relação a/c e fixado para ambos os traços. A quantidade de areia no traço também foi fixada de acordo com o melhor percentual encontrado nos estudos de teor de argamassa. O traço "rico" foi executado para ambos os concretos, enquanto que, o traço "piloto" foi executado somente para o concreto geopolimérico.

O cálculo do consumo (C) das matérias-primas utilizadas em cada traço e do teor de argamassa (∝) para o concreto geopolimérico foram feitos de acordo com o método de Helene e Terzian (1992) fazendo uso das Equações 6 e 7:

$$C = \frac{1000}{\frac{1}{\gamma_c} + \frac{a}{\gamma_a} + \frac{b}{\gamma_b} + x} \quad EQ.(6) \qquad \propto = \frac{1+a}{1+a+p} x \ 100 \quad EQ.(7)$$

Onde:

C: consumo de aglomerantes sólidos (kg/m³);

- γ : massa específica dos materiais aglomerante, areia e brita (kg/m³);
- x: relação água/cimento;
- \propto : teor de argamassa (%);
- a: teor de areia;
- *p*: teor de brita.

Após estudos preliminares, o consumo de aglomerante, o teor de areia e a relação a/c para os concretos Portland e geopolimérico foram mantidos constantes visando melhor efeito comparativo. Na Tabela 7, é apresentado o consumo de materiais para os traços "rico" "piloto".

CONSUMO DI	CONSUMO DE MATERIAIS			
COMPONENTE	"RICO"	"PILOTO"		
Aglomerante (Kg/m ³)	466	466		
Areia (Kg/m ³)	666	666		
Brita (Kg/m ³)	964	1663		
Relação a/c	0,53	0,53		
Teor de Argamassa (%)	54	41		

Fonte: Autora, 2023.

Um procedimento padrão de mistura foi adotado para os traços de concreto baseado no manual de dosagem de Helene e Terzian (1992). Para cada traço escolhido, as quantidades em massa dos componentes do concreto foram pesadas em uma balança da marca BALMARK e modelo ELP-6/15/30 e misturados em betoneira de marca Menegotti com capacidade para 150 litros.

3.2.5.3.1. Concreto Geopolimérico

O procedimento de mistura do concreto geopolimérico em betoneira consistiu em adicionar 100% do agregado graúdo com 80% de solução ativadora para serem misturados por 1 minuto. Em seguida, 50% da areia e 50% do material precursor foram adicionados e misturados por 1 minuto. Finalizado o tempo, adicionou-se o restante dos pós, da areia e da água para a mistura final com duração de 1 minuto e meio para obtenção de um material homogêneo.

Cada traço foi executado em duas batidas, sendo uma para os moldes cilíndricos e outra para os moldes prismáticos, a fim de garantir melhor controle durante a mistura por conta da viscosidade do silicato. A Figura 22 mostra os materiais utilizados e os procedimentos de preparação do concreto geopolimérico. Figura 22 - Materiais e procedimentos para preparação do concreto geopolimérico: (a) traço para os moldes cilíndricos; (b) traço para os moldes prismáticos; (c) adição da brita 0; (d) adição da solução ativadora; (e) adição dos pós; (f) adição da areia; (g) concreto pronto.



3.2.5.3.2. Concreto de Cimento Portland CPV-ARI

O concreto de cimento Portland foi feito seguindo os mesmos procedimentos de mistura. Primeiramente, todo o agregado graúdo foi adicionado na betoneira juntamente com 80% da quantidade de água e misturados por 1 minuto. Em seguida, adicionou-se 50% do cimento Portland e 50% da areia e misturou-se por mais 1 minuto. A mistura final foi feita adicionandose os restantes de cimento, areia e água por um período de 1 minuto e meio. A Figura 23 mostra os materiais e procedimentos da preparação. Figura 23 - Materiais e procedimentos de preparação do concreto de cimento Portland: (a) traço dos materiais após pesagem para preenchimento dos moldes cilíndricos e prismáticos; (b) adição de brita 0; (c) cimento Portland; (d) adição de areia; (e) concreto pronto.



Fonte: Autora, 2023.

O traço foi misturado de uma única batida em betoneira para preenchimento dos moldes cilíndricos e prismáticos.

3.2.6. Confecção dos Corpos de Prova

Foram moldados corpos de prova cilíndricos para ensaios de compressão nas pastas, argamassas e concretos, e, prismáticos para ensaio de tração na flexão nas argamassas e concretos.

Todos os moldes foram preparados com óleo desmoldante, preenchidos, adensados, vibrados em agitador mecânico para eliminar o acúmulo de ar e cobertos para evitar a perda de água para o meio, tudo conforme a NBR 5738 (2016) para os CP's cilíndricos e a NBR 12142 (2010) para os CP's prismáticos.

Após as 24h de cura inicial definida pela mesma norma, foi feito o desmolde dos CP's e os mesmos foram reservados para cura final de sete dias em temperatura ambiente para o geopolímero e em cura úmida para o Portland. A confecção dos mesmos é mostrada nos subtópicos adiante.

3.2.6.1. Cilíndricos

Para as pastas geopoliméricas foram confeccionados 5 corpos-de-prova com dimensões de 2,5 cm (diâmetro) por 5 cm (altura) para cada formulação. Os moldes foram feitos em material metálico com fixação por meio de abraçadeiras reguláveis.

Ao fim do período de cura, foi feita a regularização da superfície utilizando lixadeira politriz de velocidade variável e lixas d'água de gramatura 80 e 100 grãos/cm². Esse procedimento foi feito com uso de água e frequência no equipamento de 200 rotações por minuto. Na Figura 24 é possível ver os procedimentos de moldagem, medição, lixamento e os corpos de prova prontos para o ensaio de compressão axial.

Figura 24 - Preparação dos corpos de prova cilíndricos das pastas: (a) CP's preenchidos; (b) CP's cobertos; (c) medição dos CP's após desmolde; (d) lixamento dos CP's; (e) CP's prontos para ensaio.



(a)

(b)





Fonte: Autora, 2023.

Semelhantemente, para cada formulação da argamassa geopolimérica, foram moldados 4 CP's cilíndricos para cada formulação com dimensões de 5 cm (diâmetro) por 10 cm (altura), totalizando 24 CP's. Após desmolde, os CP's não precisaram passar pelo processo de regularização. A Figura 25 ilustra os procedimentos de moldagem dos CP's.

Figura 25 - Preparação dos CP's para argamassa geopolimérica: (a) preenchimento dos CP's; (b) vibração dos CP's; (c) CP's cobertos; (d) CP's cilíndricos após desmolde.



Fonte: Autora, 2023.

Por fim, para o concreto geopolimérico e Portland, foram moldados 3 CP's para cada traço, com dimensões de 10 cm de diâmetro por 20 cm de altura, totalizando 12 CP's. Após desmolde e cura de 7 dias, os CP's passaram pelo processo de regularização da superfície em equipamento retificador manual disponibilizado pela empresa de concreto usinado Polimix.

Esse procedimento foi feito para que os corpos de prova tivessem um bom acabamento superficial e afim de que os planos de aplicação da carga axial fossem perfeitamente perpendiculares com o dorso do Corpo de Prova. Na Figura 26, é possível observar todos os procedimentos citados.

Figura 26 - Preparação dos CP's de concreto: (a) moldes preenchidos e cobertos; (b) desmoldagem do CP; (c) CP's após desmolde; (d) retífica dos CP's; (e) cura úmida do CP de cimento Portland; (f) CP's prontos para ensaio de compressão axial.





Fonte: Autora, 2023.

3.2.6.2. **Prismáticos**

Os CP's para a argamassa foram confeccionados em molde metálico com dimensões de 4x4x16 cm, para ensaio de resistência à tração na flexão. Para cada formulação, 3 CP's prismáticos foram produzidos conforme ilustra a Figura 27.

Figura 27 - Preparação dos CP's prismáticos para argamassa: (a) preenchimento dos moldes; (b) adensamento; (c) CP's prontos após desmoldagem.



Fonte: Autora, 2023

Para o concreto, os moldes utilizados foram feitos em madeira nas dimensões 10x10x40cm. Para cada traço, foram confeccionados 3 CP's prismáticos, totalizando 12 CP's submetidos ao ensaio de tração na flexão (Figura 28).

Figura 28 - Confecção dos CP's prismáticos: (a) preenchimento dos moldes; (b) adensamento; (c) CP's cobertos; (d) cura úmida dos CP's; (e) CP's prontos para ensaio de tração na flexão.





(b)

(c)



Fonte: Autora, 2023.

3.2.7. Ensaios Mecânicos

Ensaios mecânicos de compressão e tração na flexão foram realizados nos CP's com idade de 7 dias. Os ensaios para determinação da resistência à compressão axial seguiram as diretrizes da NBR 5739 (2018) e os ensaios para determinação da resistência à tração na flexão seguiram as diretrizes da NBR 12142 (2010).

Todos os ensaios foram realizados no Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA campus Ananindeua, em Prensa Hidráulica Elétrica, de marca Contenco com capacidade 100 tf, com duas calibrações. O equipamento é disponibilizado em dois módulos funcionais: Estrutura de Ensaios e Gabinete de Comando, como mostra a Figura 29.





Fonte: Autora, 2023.

3.2.7.1. Resistência à Compressão Axial

Os ensaios de resistência à compressão axial feitos nos CP's cilíndricos das pastas, argamassas e concretos são mostrados na Figura 30, 31 e 32, respectivamente. Para os CP's de pastas e argamassas foi necessário encurtar a distância entre os pratos da máquina por conta das dimensões dos CP's serem inferiores às dimensões para as quais a máquina foi projetada. Para isso, foram utilizados o molde do CP de concreto, peças da própria máquina e um tarugo em aço maciço, como pode ser visto nas imagens. Tais medidas não influenciaram nos resultados finais de compressão, pois os objetos escolhidos não sofreram deformações com as cargas aplicadas e possuíam superfícies uniformes.
Figura 30 - Ensaio de compressão das pastas: (a) execução do ensaio; (b) detalhes do ensaio, (c) CP rompido.



Fonte: Autora, 2023.

Figura 31 - Ensaio de compressão das Argamassas: (a) execução do ensaio; (b) e (c) CP's rompidos.



Fonte: Autora, 2023.

(c)

73

Figura 32 - Ensaio de compressão dos Concretos: (a) execução do ensaio; (b) e (c) CP's rompidos.



(a) Fonte: Autora, 2023.

(b)



3.2.7.2. Resistência à Tração na Flexão

Os ensaios de resistência à tração na flexão foram realizados nos CP's de argamassas e concretos com a prensa hidráulica elétrica adaptada para quatro pontos. Na Figura 33 é possível observar a execução do ensaio para os CP's de argamassa, enquanto que, na Figura 34, a execução do ensaio para os CP's de concreto.

Figura 33 - Ensaio de tração na flexão dos CP's de argamassa: (a) execução do ensaio; (b) detalhes do apoio do CP; (c) ruptura do CP.



Fonte: Autora, 2023.

Figura 34 - Ensaio de tração na flexão dos CP's de concreto: (a) execução do ensaio; (b) e (c) ruptura do CP.



Fonte: Autora, 2023.

(b)



(c)

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste tópico serão apresentados os resultados dos ensaios físicos dos pós e agregados, bem como as caracterizações por FTIR, DRX e MEV nos pós de caulim, metacaulim e na escória de alto forno. Apresenta-se ainda os resultados do estudo das pastas e argamassas, ensaio de abatimento de tronco de cone, tempo de pega, compressão, tração na flexão e análise microestrutural dos concretos estudados.

4.1. Ensaios Físicos e Caracterização dos Precursores

Este tópico apresenta os resultados dos ensaios físicos e caracterizações por FTIR, DRX e MEV obtidos para os pós de caulim, metacaulim e escória de alto forno dispostos separadamente para cada matéria-prima.

4.1.1. Caulim in natura

4.1.1.1. Perda ao Fogo do Caulim

O caulim apresentou perda ao fogo de 13,8%. Em comparação com as outras matériasprimas, a perda ao fogo do caulim de 13,8% mostrou-se muito superior. Esse resultado já era esperado por conta dos grupos hidroxilas presentes neste material, tornando-o úmido. Resultados aproximados foram encontrados por Barata & Angélica (2012) de 13,96%, Falcão *et al.*, (2017) de 14,60% e Silva (2019a) de 14,62%.

4.1.1.2. Teor de Umidade do Caulim

O caulim apresentou teor de umidade igual a 1,13% e também se mostrou superior em relação ao teor de umidade das outras matérias-primas, corroborando com o resultado de perda ao fogo. Tal resultado cumpre o requisito da NBR 12653:2015 – Materiais Pozolânicos – Requisitos, a qual estabelece que o teor de umidade de materiais pozolânicos de classes N, C e E, devem ser \leq 3%.

Falcão *et. al.*, (2017) encontrou um teor de umidade de 0,24% para um caulim siltoargiloso do tipo "Caulim rosa MS" da marca Inducal rico em silício e alumínio. Lubelli *et. al.*, (2013) mediu o teor de umidade de um caulim liofilizado aplicado em cataplasmas de dessalinização e encontrou um valor de 0,5%. Tais variações físicas divergem devido principalmente à variação de origem e processamento da matéria-prima (MEDEIROS *et. al.*,2020).

4.1.1.3. Análise Granulométrica do Caulim

A Tabela 8 apresenta os resultados da análise granulométrica realizada no pó de caulim *in natura* bem como módulo de finura e diâmetro máximo característico.

abel	<u>a 8 - Ana</u>	alise Granulométrica	do Caulim.		
	Análise Granulométrica do Caulim				
	ATSM	ABERTURA (mm)	MASSA (g)	RETIDA (%)	ACUMULADA (%)
	50	0,297	2	2,0%	2,0%
	80	0,177	6	6,0%	8,0%
	100	0,149	14	14,0%	22,0%
	200	0,074	28	28,0%	50,0%
	Fundo	-	50	50,0%	100,0%
		0,01			
	Diâmetro Máximo Característico				0,30

Tabela 8 - Análise Granulométrica do Caulim

Fonte: Autora, 2023.

O caulim apresentou distribuição quase que uniforme, porém, inferior às amostras de metacaulim e escória. Observou-se que a quantidade de material passante na malha de 200 mesh foi de 50% enquanto 28% ficou retido na mesma. A natureza de distribuição mostrou que a amostra de caulim contém concentração de material passante de 50%, módulo de finura igual a 0,01 e diâmetro máximo característico de 0,3 mm. Nesta peneira, o caulim apresentou porcentagem retida acumulada de 2% em massa, imediatamente inferior ao 5%, como estabelece a norma.

A Figura 35 apresenta a análise mineralógica do caulim obtido a partir da difratometria de raios-X.

Figura 35 - DRX do Caulim.



Fonte: Autora, 2023.

A análise do difratograma indicou que o caulim utilizado foi constituído essencialmente de caulinita, comprovada pela presença dos picos principais desse mineral identificadas pela ficha PDF 83-0971 em $2\theta \approx 12,42^{\circ}, 20,42^{\circ}, 21,33^{\circ}$ e 24,96°. Ocorreu também a presença de quartzo como mineral secundário com picos de cristalinidade em $2\theta \approx 26,45^{\circ}$ e muscovita com pico principal em $2\theta \approx 7,80^{\circ}$, classificados por Febrianti, Herlina e Saukani (2018) como impurezas ou contaminantes.

Segundo Menezes (2009), Abubakar *et al.* (2020), Bergaya (2006), Kumar e Pradip (2020), caulinita, quartzo e muscovita são minerais característicos dos caulins. Além disso, o

teor de caulinita encontrado evidencia seu potencial como matéria-prima para a produção de metacaulim, uma vez que a fabricação desse tipo de pozolana é possível apenas com a utilização de materiais com teores de no mínimo 90% de caulinita (BARATA; ANGÉLICA, 2012).

Sua composição química foi avaliada por análise semiquantitativa usando um espectrômetro de fluorescência de raios X. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 9.

caulim		
%		
55		
41		
2,34		
0,58		
0,53		

Tabela 9 - Composição do Caulim.

Fonte: Autora, 2023.

A tabela 9 mostra que os percentuais obtidos estão dentro dos estabelecidos pela NBR 15894-1/2010 e comprova sua natureza rica em aluminossilicatos. Ambos os resultados são similares aos reportados pela literatura (SANTANA *et al.*, 2021) em relação às estruturas analisadas por DRX para caulins e pela baixa intensidade dos picos característicos das impurezas, infere-se também sobre a alta qualidade desse produto e seu potencial aproveitamento para diversas aplicações como matéria-prima de produtos geopoliméricos após amorfização.

4.1.1.5. Microscopia Eletrônica de Varredura do Caulim

A morfologia do pó do caulim pode ser observada na Figura 36, através das micrografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Figura 36 - Imagens de MEV: (a) caulim com aumento de 13000x (b) caulim com aumento de 27000x.



Fonte: Autora, (2022).

Através das imagens (a) e (b) obtidas por MEV, é possível observar que a amostra de caulim apresentou estrutura organizada em micro placas empilhadas e grãos de caulinita com formas irregulares. Verificou-se a presença de partículas finas e grossas em um largo intervalo de dimensões em todas as amostras com cristais de morfologia pseudo-hexagonal característicos da caulinita (SANTOS, 1989).

As imagens evidenciam folhas tetraédricas e octaédricas contínuas em certas direções cristalográficas organizadas empilhadas umas sobre as outras. De acordo com Gardolinski *et al.* (2001), o caulim apresenta características estruturais, onde um lado da lamela é constituído com átomos de alumínio coordenados octaedricamente a oxigênio e grupamentos hidroxila e o outro lado é constituído por átomos de silício coordenados tetraedricamente por átomos de oxigênio.

Observou-se ainda que as partículas mais finas estão presentes na forma de grandes aglomerados, característicos da caulinita conforme relatado na literatura (SOUZA SANTOS, P., 1992) o que confirma as observações de DRX e FTIR efetuadas anteriormente. Resultados semelhantes foram encontradas por Barbosa (2019), Da Silva (2021), Fernandes (1992), Luz e Chaves (2000) e Sousa *et al.*, (2020).

4.1.2. Metacaulim

4.1.2.1. Índice de Finura do Metacaulim

A massa inicial pesada foi de 50g. A etapa final de peneiramento foi feita oito vezes até se obter o valor passante de 0,04g e valor retido na peneira de 2,5g.

Como resultado final foi obtido:

$$\left[\text{Índice de Finura}\right] = \frac{2.4 \text{ g x 1}}{50 \text{ g}} \text{ x 100}$$

$$[$$
Índice de Finura $] = 4,8\%$

A NBR 15894-3:2010 - Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta - Parte 3: Determinação da finura por meio da peneira 45 μ m, exige limite de finura em porcentagem de metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta de \leq 10%. Para este ensaio, foram utilizados 50 gramas de metacaulim, segundo a NBR 11579:2013, logo, a porcentagem limite por norma era de \leq 5%. O resultado para este ensaio foi um índice de finura de 4,8%, indicando que o metacaulim utilizado na pesquisa cumpre com o parâmetro da norma acima descrita.

Segundo Rocha (2005), o efeito pozolânico do metacaulim é tão maior quanto maior for sua qualidade e finura. O autor afirma ainda que essa investigação deve ser um processo criterioso, já que uma das suas principais funções nos concretos é a de diminuir a porosidade e reagir quimicamente ao hidróxido livre. CAI *et. al.*, (2021) investigaram o papel do metacaulim na evolução da estrutura dos poros de pastas de cimento que se demonstrou significativo por sua alta reatividade e pequena finura.

Este ensaio trouxe segurança à pesquisa através da comprovação de que o material possui índice de finura adequada, visto que, o excesso de finura pode levar a outros problemas de reologia do concreto, tais como aumento da viscosidade ou perda de plasticidade, dificultando o lançamento do concreto nas fôrmas (BARATA e DAL 2002; HOORTON *et. al.*, 1997).

4.1.2.2. Perda ao Fogo do Metacaulim

A perda ao fogo do metacaulim foi de 1,2% e mostrou-se muito inferior ao caulim, devido ao processo de calcinação e consequente dexidroxilação. O resultado do ensaio evidencia a eficiência do procedimento realizado em laboratório e apresentou valor inferior ao obtido por Rezende *et. al.*, (2012). Ao investigar o uso de metacaulim em concreto seco, o autor encontrou um valor de perda ao fogo de 2,62% para uma mesma temperatura de calcinação. Da forma aproximada, Hansen (2016) obteve um valor de 2,57% e Sebastiany (2014) 2,03%.

A NBR 15894-1:2010 - Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta - Parte 1: Requisitos, exige limite em porcentagem de perda ao fogo para o metacaulim de $\leq 4\%$, ou seja, o resultado obtido atende às especificações. Segundo Kanning (2013), a perda ao fogo apresenta como resultado a quantidade de material não totalmente sinterizado e influencia na quantidade de água de amassamento das argamassas e concretos.

4.1.2.3. Teor de Umidade do Metacaulim

O resultado do ensaio de teor de umidade do metacaulim foi de 0,11%. A NBR 15894-1:2010 - Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta - Parte 1: Requisitos, exige limite em porcentagem de teor de umidade para o metacaulim de $\leq 2\%$, ou seja, o resultado obtido de 0,11% atende às especificações. Hansen (2016) e Cordeiro e Désir (2010) encontraram um teor de umidade de 1,1% para o metacaulim calcinado à 600 °C por 2 horas.

Tal resultado é colaborativo para esta pesquisa, pois segundo Santos (1989), um elevado teor de umidade implica numa menor resistência da interação entre as partículas que o estabilizam. As propriedades de resistência e compressibilidade são diretamente influenciadas pelas variações na combinação geométrica das partículas.

4.1.2.4. Análise Granulométrica do Metacaulim

A Tabela 10 apresenta os resultados da análise granulométrica realizada no pó de metacaulim bem como módulo de finura e diâmetro máximo característico.

Análise Granulométrica do Metacaulim				
ASTM	ABERTURA (mm)	MASSA (g)	RETIDA (%)	ACUMULADA (%)
50	0,297	2	2,0%	2,0%
80	0,177	14	14,0%	16,0%
100	0,149	26	26,0%	42,0%
200	0,074	28	28,0%	70,0%
Fundo	-	30	30,0%	100,0%
	Módulo	0,01		
	Diâmetro máximo	0,3		

Tabela 10 - Análise Granulométrica do Metacaulim

Fonte: Autora, 2023.

O metacaulim apresentou distribuição granulométrica uniforme. Observou-se que a quantidade de material passante na malha de 200 mesh foi inferior ao caulim com 30%, mas apresentou mesmo valor retido de 28%. A natureza de distribuição mostrou que a amostra de metacaulim contém concentração de material passante de 30%, módulo de finura igual a 0,01 e diâmetro máximo característico de 0,3 mm, pois nesta peneira, o metacaulim apresentou porcentagem retida acumulada de 2% em massa, imediatamente inferior ao 5%, como estabelece a norma.

4.1.2.5. Difratometria de Raios-X do Metacaulim

As amostras de metacaulim foram analisadas após 2 horas de calcinação a 850°C e os resultados são apresentados na Figura 37.



Após o processo de calcinação, observou-se a perda de cristalinidade do caulim devido à ausência de picos intensos da caulinita principalmente no halo $2\theta \approx 12,5^{\circ}$, indicados no DRX da amostra de caulim, além de uma elevação do background na região entre 20° e 30°, mostrando a presença de material amorfo constituído principalmente por sílica. Isto sugere a quebra das ligações entre as camadas de caulinita

Após calcinação, os picos característicos da caulinita sofreram perda de intensidade ocasionada pela desidroxilação das folhas octaédricas da caulinita, objetivo do processo. Ocorreu então desorganização na estrutura da caulinita, que passou a ser um material amorfo altamente reativo por conta da variação da energia livre armazenada (COSTA 2018; DAVIDOVITS, 1994).

O processo de calcinação não só remove água quimicamente ligada, presente na estrutura da caulinita, como obriga a estrutura a sofrer acomodações, de modo a facilitar a reorganização de um novo produto, em condições específicas. Esse processo é essencial para a desestruturação cristalina do caulim (SANTANA *et al.*, 2021).

Tal resultado comprova a eficiência do tratamento térmico utilizado de 850 °C por 2h para a quebra da estrutura cristalina, uma vez que os picos principais da caulinita não apareceram mais na estrutura do metacaulim. O resultado foi a obtenção de um material altamente reativo preparado para reagir quimicamente com o ativador alcalino e completar o processo de geopolimerização.

4.1.2.6. FTIR do Caulim e Metacaulim

As principais absorções nos espectros FTIR das amostras de caulim metacaulim são mostradas na Figura 38. Por meio da diferença nas frequências de absorção entre precursores, tornou-se possível a identificação das transformações que ocorreram após a calcinação do material.

Figura 38 - Espectro de FTIR do Caulim e do Metacaulim.



Fonte: Autora, 2023.

A banda de absorção observada no FTIR do caulim da Figura 38 entre 3620 cm⁻¹ e 3695 cm⁻¹ é atribuída a grupos de hidroxilas presentes na caulinita. De acordo com a literatura, este

mineral apresenta bandas em 3693, 3668, 3652 e 3620 cm¹ (LORENTZ *et al.*, 2018; VAN DER MAREL; KROHMER, 1969; SAHRAOUI *et al.*, 2016; REKIK *et al.*, 2017).

É também observável a presença de água livre em aproximadamente 1650 cm-1 e de vibração assimétrica de estiramento do Si-O-Si que segundo Davidovits (2008) pode se estender entre 1100 a 1050 cm⁻¹.

A presença destas bandas no material estudado indica que a caulinita é bem cristalizada, e, por sua vez a desordem é detectada através do desaparecimento das bandas em 3669 cm-1 e 3652 cm⁻¹ no FTIR do metacaulim, indicando um processo completo de calcinação do caulim (Catauro *et al.*, 2015).

O estiramento assimétrico da ligação Si-O-Si do metacaulim aconteceu no intervalo entre 1074 e 811 cm⁻¹ devido à presença de sílica amorfa, corroborando com os resultados encontrados por Sarkar *et al.*, (2015) e Apolonio *et al.*, (2020). Observa-se ainda um ombro em 1069 cm⁻¹ atribuído a este estiramento.

As bandas características da caulinita entre 1400 a 400 cm⁻¹ não foram observadas no espectro do metacaulim. As bandas em 777, 1345 e 469 cm⁻¹ são características do metacaulim Apolonio *et al.*, (2020) e de acordo com esses dados, o material passou por um eficiente processo de desidroxilação, com potencial de ser um bom precursor geopolimérico.

A banda em aproximadamente 792 cm¹ está, provavelmente, associada ao quartzo, identificado nesta pesquisa como uma impureza na análise DRX (Figura 37). Comportamento semelhante foi verificado na literatura por Worasith *et al.* (2011). Dessa forma, o comportamento estrutural discutido para as amostras em estudo está em consonância com a literatura reportada. confirmando, através de dados de DRX, que as amostras em estudo são aptas para aplicação no geopolímero.

4.1.2.7. Microscopia Eletrônica de Varredura do Metacaulim

A Figura 39 apresenta as imagens de MEV obtidas para o pó do metacaulim.

Figura 39 - Imagens de MEV: (a) metacaulim com aumento de 1000x; (b) metacaulim com aumento de 5000x.



Fonte: Autora, (2022).

Em comparação com a amostra de caulim que não passou pelo processo de calcinação, as micrografias obtidas das amostras de metacaulim apresentaram alterações nas micro placas empilhadas, com a diminuição das folhas empacotadas, confirmando o processo de desestruturação (BERGAYA, 2006; L N SILVA, 2013; MORSY *et al.*, 2018; SANTOS, 1989).

As imagens apresentadas na Figura 39 (a e b) comprovam que o tratamento térmico a 850 °C por 2 horas feito no caulim, destruiu a camada hexagonal da caulinita e, portanto, o arranjo atômico dos íons hexa-coordenados passaram a ter formatos pentagonais e tetragonais, o que determina a reatividade dessa fonte de aluminossilicato segundo Vanitha e Jeyalakshmi, (2023). Além disso, as amostras de metacaulim exibiram partículas planas e grande área de superfície, o que aumenta suas necessidades de água e reatividade quando comparado ao caulim (AL-HUSSEINAWI *et al.*, (2022).

Em ambas as amostras, as partículas apresentam tamanho maior que 2 mm, como também é observado nas imagens do MEV nos trabalhos de Maia *et al* (2011), Hildebrando *et al* (2012). Tal resultado culmina com os apresentados pelas caracterizações feitas através de DRX e FTIR, que demostraram processo de calcinação eficiente.

4.1.3. Escória de Alto Forno

4.1.3.1. Índice de Finura da Escória de Alto Forno

Para a escória, a massa inicial pesada foi de 50,02g. A etapa final de peneiramento foi feita quinze vezes até se obter o valor passante de 0,03g e valor retido de 0,34g.

Como resultado final foi obtido:

$$[\text{Indice de Finura}] = \frac{0.34 \ g \ x \ 1}{50.02 \ g} \ x \ 100$$

$$[$$
Índice de Finura $] = 0,68\%$

Comparada aos outros pós, a escória apresentou menor índice de finura, que pode ser explicado devido ao processo de peneiramento após moagem. A finura da escória foi apontada como um dos fatores mais críticos no controle da taxa de dissolução e dos processos de solidificação em ligantes ativados por álcali por Humad *et. al.*, (2019). Segundo Langaro *et. al.*, (2017), essa finura proporciona uma maior reatividade do material, uma vez que se sabe que quanto maior a sua superfície específica, maior o contato com o ativador, que é o responsável pela ativação e reação inicial.

Pimentel *et. al.*, (2017) verificaram o tempo ideal de moagem necessário para obter a finura necessária para seus experimentos. O estudo mostrou que a escória após 5 horas de moagem apresentava um índice de finura (IF) de 9,56%. Seu resultado difere muito do presente estudo, que possui maior finura com apenas 1 hora e 30 minutos de moagem. Isso pode estar relacionado ao procedimento que os autores utilizaram, que não é descrito no estudo.

4.1.3.2. Perda ao Fogo da Escória de Alto Forno

Após 50 minutos de exposição à temperatura de 950 °C em forno mufla, a escória de alto forno apresentou perda ao fogo de 0,8%. A literatura apresenta valores diversificados para este mesmo ensaio. Resultado aproximado foi encontrado por Ju *et al.*, (2020) de 0,75%,

diferente de Baki *et al.*, (2020) em que a escória de alto forno apresentou perda ao fogo de 0,17%.

Em comparação, Dave, Sahu e Misra, (2020) encontraram valores superiores de 1,5%. Essa discussão sugere que a escória de alto forno em estudo, possui baixa quantidade de água em sua constituição e que por se tratar de um resíduo, existem muitas variações na composição.

Destaca-se ainda que a perda ao fogo observada pode estar relacionada à descarbonetação da calcita além da desidroxilação e/ou desidratação da goetita, minerais característicos da composição da escória.

4.1.3.3. Teor de Umidade da Escória de Alto Forno

A escória apresentou teor de umidade de 0,08% e coincidiu com os resultados de perda ao fogo demostrando-se inferior ao caulim e ao metacaulim, por se tratar de um resíduo de minério de ferro.

Comparado ao estudo de Santa'Ana (2003) a escória investigada neste estudo possui baixo teor de umidade, já que o autor obteve um valor de 0,5%. Para o geopolímero, um material com baixa umidade favorece a adição de líquido na mistura, permitindo um controle maior.

4.1.3.4. Análise Granulométrica da Escória de Alto Forno

A Tabela 11 apresenta os resultados da análise granulométrica realizada no pó de escória de alto forno bem como módulo de finura e diâmetro máximo característico.

Análise Granulométrica da Escória de Alto Forno				
ASTM	ABERTURA (mm)	MASSA (g)	RETIDA (%)	ACUMULADA (%)
4	4,75	180	16,10%	16,10%
8	2,38	38	3,40%	19,50%
10	2	12	1,07%	20,57%
50	0,297	454	40,61%	61,18%
80	0,177	234	20,93%	82,11%
100	0,149	18	1,61%	83,72%
200	0,074	88	7,87%	91,59%
Módulo de finura				0,04

Tabela 11 - Análise Granulométrica da Escória de Alto Forno.

2,00

Fonte: Autora, 2023.

A escória de alto forno apresentou distribuição granulométrica uniforme superior aos pós de caulim e metacaulim. Observou-se que a quantidade de material passante na malha de 200 mesh foi inferior ao caulim e ao metacaulim sendo 8,41%, assim como o valor retido de 7,87%. A natureza de distribuição mostrou que a amostra de escória contém concentração de material passante de 8,41%, módulo de finura igual a 0,04 e diâmetro máximo característico de 2,0 mm, pois nesta peneira, a escória apresentou porcentagem retida acumulada de 1,07% em massa, imediatamente inferior ao 5%, como estabelece a norma. Os valores inferiores obtidos e comparados com as amostras de caulim e metacaulim justificam-se por conta do processo de peneiramento que a escória de alto forno passou.

4.1.3.5. Difratometria de Raios-X da Escória de Alto Forno

A análise mineralógica realizada por DRX no pó da escória de alto forno pode ser vista na Figura 40.

Figura 40 - DRX da Escória de Alto Forno.



Fonte: Autora, 2023.

O difratograma indica que a escória de alto forno é predominantemente amorfa e composta por cálcio com apenas um pico semicristalino perceptível de quartzo (Q) detectado a $\approx 26^{\circ}$ no eixo 20. Essa amorfização provém do resfriamento rápido após a retirada do resíduo dos altos fornos, não havendo tempo suficiente para formação de cristais (SILVA, 2006).

A composição química da escória analisada foi avaliada por análise semiquantitativa usando um espectrômetro de fluorescência de raios X a apresentou 44,86% de SiO₂, 29,24% de CaO, 14,86% de Al₂O₃, 2,9% de MgO e 6,99% de Fe₂O₃. Dados de Barbosa (2010) e Moreira (2006), mostram que escórias de alto forno usualmente apresentam em suas composições teores variados de SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO, MnO e FeO, formando, então, composições mineralógicas de silicoaluminatos com óxidos de cálcio, manganês, magnésio etc.

A presença do cálcio nas escórias de alto forno, é a principal matéria-prima utilizada para a fabricação de cimento Portland de Alto Forno e provém do carbonato de cálcio usado como fundente para baixar o ponto de fusão do minério de ferro (HARRISSON, 2019; PINTO, 2006). Devido à composição química complexa, ressalta-se que podem existir outras fases cristalinas minoritárias ou compostos amorfos que não foram identificados no difratograma.

O difratograma apresentado na Figura 40 destaca a presença de cálcio, associada ao óxido de cálcio que apresenta percentuais relativamente elevados na composição química da escória. Suas propriedades aplicadas ao geopolímero contribuem para melhorar a resistência à compressão, a trabalhabilidade, durabilidade, etc. (OZBAY *et al.*, 2916; PORTO, 2019).

4.1.3.6. FTIR da Escória de Alto Forno

A Figura 41 apresenta os espectros de transmissão na região do infravermelho da escória de alto forno.

Figura 41 - Espectro de FTIR da escória de alto forno.



Fonte: Autora, 2023.

Foram observadas duas bandas com máximos em 2456 e 976 cm-¹, referente as vibrações da calcita (CaCO₃), comprovando a presença de cálcio na escória. O resultado está de aproximado em comparação com Sousa (2005), que observou duas bandas em 1424 e 874 cm⁻¹ referentes a calcita, assim como Silva (2015), em 1437 e 876 cm-¹. O resultado desta caracterização química está de acordo com o DRX da escória, o qual comprovou a presença de diferentes fases de cálcio, inclusive na fase calcita.

4.1.3.7. Microscopia Eletrônica de Varredura da Escória de Alto Forno

A morfologia da escória de alto forno pode ser observada na Figura 42 através de imagens em alta definição feitas do pó passante na peneira de 200 mesh.



Figura 42 - Imagens de MEV: (a), (b), (c) e (d) Escória de Alto Forno.



Fonte: Autora, 2023.

As micrografias da escória de alto forno apresentadas na Figura 42 apresentaram morfologia característica deste material de acordo com a literatura. Mesmo tendo passado por peneiramento, observou-se que as partículas não apresentam padrão morfológico, mas sim texturas indefinidas, diferentes tamanhos, formatos e grande aglomeração. Resultados semelhantes foram encontrados por Al-Husseinawi *et al.*, (2022), Phummiphan *et al.* (2018) e Sun *et al.* (2022).

Sobrepôs-se a quantidade de partículas com formato angular medindo alguns mícrons de diâmetro, enquanto outras, demostraram arestas pontiagudas, que podem ser explicadas pelo processo de preparação do material, onde a escória do alto-forno foi moída e triturada, como constatou Cechin, (2021).

4.2. Análise Granulométrica dos Agregados

4.2.1. Agregado miúdo (areia)

A Tabela 12 apresenta os resultados do ensaio de caracterização do agregado miúdo em termos de módulo de finura e diâmetro máximo característico.

Tabela 12 - Análise Granulométrica do Agregado Miúdo (Ar	reia)
Análise Granulométrica do Agregado I	Miúdo (Areia)
Módulo de finura	2,86
Diâmetro máximo característico (mm)	4,75
Fonte: Autora, 2023.	

Tais valores foram analisados de acordo com a NBR 7211:2022 – Agregados para o concreto - Requisitos, que estabelece os valores de módulo de finura para areias consideradas bem graduadas, conforme a Tabela 23.

Classificação da areia	Módulo de finura
 Muito fina	1,39 a 1,70
Fina	1,71 a 2,11
Média	2,12 a 3,38
Grossa	3,39 a 4,02
Areia de praia	1,39

Tabela 13 - Classificação da areia quanto ao módulo de finura

Fonte: NBR 7211:2022.

Segundo a norma, a areia analisada encontra-se dentro das especificações e pode ser considerada como média, pois apresentou módulo de finura igual a 2,86. Tal resultado é utilizado principalmente para comparação entre dois ou mais agregados. Aquele que possuir menor módulo de finura é o material mais fino (SOUSA *et. al.*, 2021).

Através do percentual retido acumulado de areia em cada peneira, foi possível obter a curva de distribuição granulométrica que é apresentada na Figura 43.



Figura 43 - Curva de distribuição granulométrica da areia.

A areia em análise está representada pela linha preta tracejada entre os limites de distribuição expressos nas curvas verdes e vermelhas do gráfico. De acordo com o módulo de finura é possível indicar se a curva granulométrica do agregado miúdo pertence a uma zona utilizável (curvas vermelhas) ou a uma zona ótima (curvas verdes).

A norma ABNT NBR 7211:2022 estabelece que o módulo de finura da zona ótima pode variar de 2,20 a 2,90, na zona utilizável inferior de 1,55 a 2,20 e na zona utilizável superior de 2,90 a 3,50, portanto, a areia em análise mostrou resultado satisfatório e encontrou-se dentro dos limites estabelecidos pela norma como zona ótima, apta para uso em concreto.

A dimensão máxima característica de 4,75 mm obtida neste ensaio mostrou que a distribuição granulométrica do agregado atende aos padrões da NBR que classificam a granulometria da areia como o material passante na 4,75mm e retido na 150 µm. Nesta peneira, o agregado apresentou porcentagem retida acumulada de 0% em massa, imediatamente inferior ao 5% estabelecido pela norma.

Segundo Pinto (2006) quando melhor for a distribuição granulométrica das areias, maior será seu ângulo de atrito, ocasionado pelo melhor entrosamento entre as partículas. Fator que interfere de forma positiva na resistência do concreto.

Fonte: Autora, 2023.

4.2.2. Agregado Graúdo (Brita 0)

A Tabela 14 apresenta os resultados da análise granulométrica do agregado graúdo em termos de módulo de finura e diâmetro máximo característico, e, a Figura 44 representa a curva de distribuição granulométrica obtida.

Análise Granulométrica do Agregado G	raúdo (Brita 0)
Módulo de finura	5,82
Diâmetro máximo característico (mm)	9,5

Fonte: Autora, 2023.

Figura 44 - Curva de distribuição granulométrica da brita 0.



Fonte: Autora, 2023.

A curva de distribuição granulométrica da brita 0 em análise destacada em linha tracejada preta apresentada na Figura 44, constituiu-se dentro dos limites da composição granulométrica do agregado graúdo estabelecidos pela tabela 6 da NBR 7211 para zona granulométrica 4,75/12,5.

Para esta zona granulométrica, o módulo de finura pode variar de 5,77 a 6,15, indicando que o resultado encontrado para a brita 0 utilizada nesta pesquisa de 5,82 está de acordo com as especificações e portanto, o agregado mostrou-se apropriado para confecção do concreto.

A dimensão máxima característica de 9,5 mm obtida neste ensaio mostrou que a distribuição granulométrica do agregado atende aos padrões da NBR que classificam o tamanho da brita 0 entre 4,8mm e 9,5 mm. Nesta peneira, o agregado apresentou porcentagem retida acumulada de 0% em massa, imediatamente inferior ao 5% estabelecido em norma.

4.3. Pastas Geopoliméricas

Os resultados do estudo de dosagem realizado em pastas geopoliméricas com o objetivo de investigar a influência da escória de alto forno nas propriedades mecânicas finais do geopolímero são mostrados nas Figuras 45 e 46, expressos no gráfico de resistência à compressão e análise microestrutural dos CP's rompidos.

4.3.1. Resistência à Compressão das Pastas

A Figura 45 mostra o efeito do teor de escória na resistência à compressão dos CP's cilíndricos de geopolímero à base de metacaulim. Tendo como referência a formulação com 0% de adição de escória de alto forno, as adições de até 40% em massa na mistura, apresentaram ganho de resistência à compressão de 4,23%, 15,14% e 4,5% respectivamente. Destacou-se então o melhor percentual de adição de escória de 35% com 36,53 MPa.

Figura 45 - Resistência à compressão das pastas geopoliméricas com as variações em percentuais de escória de alto forno.



Escória de Alto Forno (%)

Fonte: Autora, 2023.

O aumento da resistência à compressão das pastas geopoliméricas ocasionadas pela adição da escória de alto forno é atribuído pela literatura ao aumento do teor de Cálcio (CaO) introduzido com o teor de escória e à dissociação e dissolução mais fáceis das ligações Ca-O do que as ligações Si-O e Al-O em ambientes alcalinos (HUAJUN, 2021; PINTO, 2006; SITARZ, 2020; ZHAN *et al.*, 2022; MEHTA e SIDDIQUE, 2018; OZCAN e KARAKOC, 2019; SITARZ, HAGER e CHOIŃSKA, 2020).

Após a introdução da escória no sistema de metacaulim, os produtos da reação foram géis de Aluminossilicato de sódio hidratado (NASH) e Silicato de alumina e cálcio hidratado (CASH) coexistentes, que foram entrelaçados e intercrescidos, preenchendo assim as lacunas entre as diferentes fases da reação e as partículas não reagidas. Isso melhorou a distribuição do tamanho dos poros, reduziu a porosidade do sistema e aumentou a densidade e a uniformidade da estrutura (HAGER *et al.*, 2021; HUI-TENG *et al.*, 2020; ZHAN *et al.*, 2022).

Observou-se ainda decréscimo de resistência nas formulações com 45%, 50%, 55% e 60% em comparação com a formulação de referência que obteve resistência à compressão de 31 MPa. Madejska *et al.*, (2011) concluíram em seus estudos de pastas que a presença de impurezas na escória de alto forno como óxidos de ferro, podem interferir na resistência mecânica do geopolímero como elementos formadores de poros a partir de 55% de massa. Isso porque a escória leva para a pasta um aumento na quantidade de oxido de ferro, ainda que em pouca quantidade.

No estudo de Peng *et al.* (2019), a resistência das pastas geopoliméricas à base de metacaulim atingiram o valor máximo de resistência à compressão em uma taxa de substituição de escória de 60% e depois diminui gradualmente com as adições de 80% e 100%. Os autores observaram o aparecimento de trincas com o aumento das taxas de substituição de escória. Segundo eles, quando a taxa de substituição da escória é alta, o principal produto da reação é o gel Silicato de Cálcio Hidratado (CSH), e a pós-desidratação pode facilmente levar a rachaduras.

Furlani *et al.*, (2018) também relataram o efeito da escória nas propriedades do geopolímero à base de metacaulim. Os autores relataram o aumento da trabalhabilidade da pasta de geopolímeros ao substituir metacaulim por escória. Eles obtiveram a maior resistência à compressão da mistura contendo 40% em peso de escória e 60% em peso de metacaulim e o maior teor de escória apresentou prejuízo na resistência à compressão, corroborando com os resultados obtidos nesta pesquisa.

4.3.2. Análise Microestrutural das Pastas

O efeito da adição de escória pôde ser visto também nas micrografias obtidas dos CP's rompidos mostrados na Figura 46 para as formulações com adição de escória de 35% e 60%. De acordo com as imagens, a adição de escória resultou em uma estrutura densa, compacta e com alto empacotamento das partículas, fato que não pode ser observado em MEV de geopolímeros puros à base de metacaulim, onde mostram um material cimentício floculado com uma estrutura relativamente solta (ZHAN, *et al.*, 2022).

Figura 46 - Imagens MEV dos CP's com teores de escória de (a) 35% em massa e (b) 60% em massa.



Fonte: Autora, 2023.

Observa-se nas imagens que ambas as pastas geopoliméricas exibiram partículas de escória e metacaulim com tamanhos diferentes. Tal observação confirma o que foi dito anteriormente e os resultados do ensaio de compressão. A adição de escória proporcionou um certo efeito de preenchimento, o que reduziu o tamanho e o número de macroporos.

Um efeito denso e refinado nos poros dos geopolímeros à base de metacaulim e um aumento da densidade da estrutura endurecida foram notados nas imagens de MEV da Figura 46. Com a adição de escória, uma grande quantidade de gel de Silicato de Cálcio Hidratado (CSH) amorfo foi gerada após estimulação alcalina, que preencheu as lacunas na estrutura de rede tridimensional formada. Este efeito é propício para o aumento da densidade e resistência à compressão dos geopolímeros à base de metacaulim. No entanto, a adição de maiores percentuais de escória também resultou em um grande número de material aglomerado, microfissuras nos geopolímeros à base de metacaulim, como mostrado na Figura 46 (b).

Em comparação com o estudo de Porto 2019, os resultados obtidos foram equivalentes, visto que, o desvio padrão para a formulação de 35% da autora mostrou-se elevado, sugerindo uma gama de possibilidades de ser o melhor percentual de adição.

4.4. Argamassa Geopolimérica

Os resultados obtidos do estudo de percentual ideal de areia em argamassa geopolimérica são mostrados nas Figuras 47, 48 e 49 através dos gráficos de resistência à compressão e tração na flexão e micrografias de MEV dos CP's após fratura. Tais investigações foram feitas sobre percentuais que variaram entre 20 e 70% de adição de areia em relação à massa seca da formulação (metacaulim e escória).

4.4.1. Resistência à Compressão das Argamassas

O resultado do ensaio de compressão apresentado na Figura 47, mostrou que o melhor desempenho mecânico foi alcançado pela formulação que continha 40% de areia com resistência de 41,15 MPa. Resultado aproximado foi obtido para a composição com 50% de areia, porém inferior e apresentando maior desvio padrão.



Figura 47 - Resistência à compressão da argamassa geopolimérica com 35% de escória e variação dos percentuais de Areia.

O gráfico mostra ainda que adições de 20% e 30% de areia na mistura foram quase insignificantes em comparação com a resistência alcançada pela pasta geopolimérica. No entanto, adições maiores de 60% e 70% de areia causaram redução da resistência da argamassa em 10,2% e 14,78% respectivamente. Para Martins e Assunção (2010), a resistência mecânica das argamassas é influenciada pela natureza e consumo dos ligantes e agregados, pois nas argamassas de cimento, a resistência à tração e à compressão diminui com o aumento da proporção de agregados.

Dentro do grupo de pesquisas da UFPA Silva (2019) encontrou uma resistência de 28,7 MPa após 7 dias de cura para argamassa geopolimérica produzida com metaculim, escória de alto forno e teor de areia de 49%, mas seu melhor resultado foi de 34,3 MPa para teor de areia de 59%. Resultado aproximado foi encontrado por PORTO (2019) de 35,66 MPa para um teor de areia de 69% na argamassa geopolimérica.

4.4.2. Resistência à Tração na Flexão

Em comparação com os estudos citados, a argamassa geopolimérica produzida nesta pesquisa apresentou resultados superiores que podem ser comprovados também pelo ensaio de tração na flexão realizado nos CP's prismáticos apresentados na Figura 48.

Fonte: Autora, 2023.



Figura 48 - Resistência à tração na flexão da argamassa geopolimérica com 35% de escória e variação dos percentuais de Areia.

Fonte: Autora, 2023.

O ensaio de tração na flexão também apresentou melhor resultado para a argamassa com teor de areia de 40%, chegando a 6,86 MPa após 7 dias de cura. Observou-se redução da resistência para as formulações com teores de areia acima de 60%, corroborando com o ensaio de compressão. Em comparação com a NBR 13281-1/2023 que específica os requisitos para aplicação de argamassa como revestimento de paredes e tetos, os valores obtidos neste trabalho foram superiores e satisfatórios.

4.4.3. Análise Microestrutural das Argamassas

As imagens das superfícies externa e interna dos CP's rompidos obtidas por MEV com aumento de 1000x foram feitas a fim de observar a homogeneidade microfissuras e a interface matriz agregado das argamassas geopoliméricas. A Figura 49 mostra as imagens obtidas nos corpos de prova com adição de areia de 40% (a) e 70% (b). (a)

Figura 49 - MEV da Argamassa 40% de areia: (a) micrografia da superfície externa; (b) micrografia da superfície interna.

Fonte: Autora, 2023.

A análise microestrutural na argamassa com 40% de adição de areia mostrada na Figura 49 (a), apresentou superfícies compactas, amorfas e uma fase de gel densa. Observou-se ainda região interfacial entre matriz e agregado com boa adesão e poucas fissuras na região analisada, provenientes do rompimento mecânico.

A argamassa com maior adição de areia mostrada na Figura 49 (b) no entanto, apresentou um notório espaço vazio que parece ter sido formado por uma bolha de ar, poros, maior quantidade de fissuras, partículas de metacaulim não reagido, o que leva a uma estrutura porosa, como mostra a Figura 49 (b). O material não reagido pode ser explicado por possíveis falhas no processo de mistura da argamassa, insuficiente para solubilizar todas as partículas sólidas. Já as microfissuras, ocorreram devido aos esforços do ensaio de tração na flexão. Todos esses fatores podem atuar como defeitos estruturais reduzindo a resistência à tração da argamassa.

Entre as imagens dispostas na Figura 49 (a e b), observou-se diferenças na zona de transição (aderência entre a matriz geopolimétrica e os agregados miúdos). Enquanto os agregados miúdos da argamassa com 40% de adição de areia apresentam maior aderência (matriz afixada aos agregados), mesmo após a fratura da amostra (Figura 49a), os miúdos da argamassa com 70% de areia são circundados por fissuras na zona de transição (Figura 49b).

De acordo com as observações de Yuan *et al.*, (2016), é possível que tenha ocorrido uma ativação lenta nas fases iniciais devido ao baixo teor de álcalis, ou uma ativação rápida nas fases posteriores. Neste estudo, verificou-se a formação de um gel de aluminossilicato que pode envolver parcialmente as partículas de metacaulim não reagidas, dificultando sua reação química completa com os ativadores alcalinos.

O concreto geopolimérico desenvolvido nesta pesquisa após estudos de pastas e argamassas, foi feito com a formulação contendo 35% de escória e teor de areia na argamassa de 40%, considerados como melhores resultados obtidos dos ensaios.

4.5. Concreto Geopolimérico

4.5.1. Tempo de Pega

O Concreto de Cimento Portland CPV-ARI apresentou tempo de pega inicial após 143 minutos e final aos 200 minutos, com intervalo entre o início e o fim da pega de 57 minutos. Resultados semelhantes foram encontrados por VIECILI *et al.*, (2018). O resultado obtido está de acordo com a ABNT NM 65 (2002), que especifica valores de tempo de pega inicial para o concreto de cimento Portland CPV-ARI entre maior ou igual a 60 minutos e final menor ou igual a 600 minutos.

O concreto geopolimérico apresentou tempos de início e fim de pega inferiores ao concreto de cimento Portland CPV-ARI. O começo da solidificação ocorreu em torno de 138 minutos e finalizou em 184 minutos. A aferição foi feita somente para o traço "rico", que teve intervalo entre o início e o fim da pega de 46 minutos.

A literatura reporta que a adição de fontes ricas em cálcio acelera o tempo de pega inicial e final de matrizes geopoliméricas, independentemente da natureza da fonte devido a nucleação heterogênea e reações secundárias que dependem da natureza e concentração das fontes de cálcio, dentre outros fatores (ASSI, *et al.*, 2018; DJOBO *et al.*, 2016; NAGALIA, *et al.*, 2016, RANJBAR *et al.*, 2020; TOPARK-NGARM, *et al.*, 2015).

4.5.2. Ensaio de Abatimento de Tronco de Cone

O concreto de Cimento Geopolimérico apresentou a faixa de abatimento de tronco de cone dentro das especificações da norma NBR 10342 (2012), apresentando o valor de

trabalhabilidade na faixa de 110 ± 10 mm. Segundo a norma NBR NM 67 (1998), o valor de trabalhabilidade (slump mínimo) deve variar entre 6 e 8 cm.

O valor obtido atendeu à determinação pretendida da dosagem, ou seja, a trabalhabilidade requerida foi alcançada. O concreto geopolimérico de traço "rico" apresentou elevada trabalhabilidade em relação ao Concreto de Cimento Portland com a mesma relação de a/c que obteve 80 ± 10 mm.

4.5.3. Resistência à Compressão dos Concretos

Os resultados do ensaio de resistência à compressão para os concretos estudados constam na Figura 50. O concreto de Cimento Portland utilizado como traço de referência foi feito a partir do traço "rico", enquanto que o Concreto Geopolimérico foi executado para os traços "rico" e "piloto".

Observou-se na Figura 50 que o concreto de cimento Portland alcançou a resistência mínima exigida pela NBR 16697:2018 para ensaio de compressão aos 7 dias de cura. Mas este, se mostrou inferior ao concreto geopolimérico executado tanto para o traço "rico", quanto para o "piloto". Para o traço "rico" definido como 1:1,43:2,07, o concreto geopolimérico apresentou resistência à compressão em 7 dias de 41,80 MPa, e para o traço "piloto" de 1:1,43:3,57, indicou redução ao alcançar 36,07 MPa.





Fonte: Autora, 2023.

Tais resultados indicam que o desempenho mecânico do concreto geopolimérico foi superior ao do concreto Portland, caracterizando-o como similar a um concreto de alta resistência inicial. Segundo alguns autores, esse desempenho dos geopolímeros é atribuído à ligação mais forte com os agregados devido à sua solução alcalina utilizada (BOOPALAN e RAJAMANE, 2017; KATHIRVEL *et al.* 2017). Lopes *et al.* (2009) também relataram resistência adquirida pelo concreto geopolimérico superior ao concreto de cimento Portland.

O sobressalto nas propriedades mecânicas do concreto geopolimérico em relação ao Portland, também se deve à natureza pozolânica do metacaulim considerada altamente reativa. Ao reagir com o hidróxido presente na solução, forma aluminatos de cálcio hidratados e aluminatos de silício juntamente com seus efeitos de preenchimento (NUAKLONG *et al.*, 2018). Além disso, a inclusão de escória melhora significativamente a resistência à compressão do concreto geopolímérico, visto que, os óxidos de cálcio e magnésio na escória resultam na formação de ligações mecânicas mais fortes (FURLANI *et al.*, 2018; JINDAL *et al.*, 2022).

Observou-se ainda na Figura 50, que a resistência diminuiu com o aumento da proporção de agregado graúdo definido no traço "piloto". Essa redução também foi observada por Albidah *et al.*, (2021). Os autores obtiveram maior resistência à compressão com teor de agregado no traço de 73,8%, mas reduziu significativamente quando aumentou para 75,8% e 79,8%. Tal comportamento foi atribuído à sensibilidade do concreto geopolimérico baseado em metacaulim ao conteúdo agregado, visto que, um pequeno aumento no conteúdo agregado também resultou em uma perda significativa de trabalhabilidade.

O concreto geopolimérico investigado no estudo de Porto (2019) tido como referência para esta pesquisa, apresentou resistência à compressão aos 7 dias de 42,23 MPa para o traço "piloto", similar ao resultado apresentado nesta pesquisa. Kumar *et al.*, (2020) estudaram entre outros fatores, o efeito da variação de escória nas propriedades do concreto geopolimérico à base de metacaulim. Aos 7 dias, os autores encontraram uma resistência de 38,62 MPa para o traço contendo 60% de escória, mas o teor ótimo foi obtido para 80% de escória, chegando a 60,41 MPa.

De acordo com a literatura, a resistência à compressão é influenciada pela quantidade de gel geopolimérico, tipo de produtos da reação, taxa de calcinação, temperatura, tempo de cura, umidade relativa, etc. (GARCÍA-MEJÍA *et al.* 2016). Difo *et al.* (2015) relataram que a resistência à compressão também é influenciada pela taxa de calcinação do caulim. Portanto, observa-se que para o desenvolvimento de alta resistência à compressão, muitos fatores precisam ser levados em conta.

Em comparação com a resistência à compressão da argamassa com 40% de areia (41,15 MPA), o concreto geopolimérico apresentou resultado semelhante para o traço "rico" (41,8 MPa). Segundo Helene e Terzian (1993), o teor de argamassa no concreto - proporção entre areia e brita de um traço - deve estar entre 60 e 66%. Tal valor advém de uma relação de areia e cimento dividida pelo total de agregados mais o cimento. Nesta pesquisa, o traço "rico" que continha teor de argamassa de 54% sobressaiu-se ao traço "piloto" com teor de 41%.

É possível que maiores resistências à compressão sejam alcançadas utilizando teores dentro dos estimados pelos autores acima no concreto geopolimérico. Porto (2019) obteve média de 42,23 MPa para um teor de argamassa de 62%. Este foi um estudo progressivo de pastas, argamassas e concretos, visto que, não existem normas ou padrões para confecção de geopolímeros.

4.5.4. Resistência à Tração na Flexão dos Concretos

Os ensaios de resistência à tração na flexão foram determinados utilizando o carregamento em quatro pontos segundo a NBR 12142 (2010), sendo determinada na seção do momento fletor localizada no terço médio do corpo-de-prova prismático. A Figura 51 apresenta os resultados de resistência à tração na flexão aos sete dias de idade e as cargas de ruptura resultantes para os concretos Portland e geopolimérico.



Figura 51 - Resistências à tração na flexão dos concretos adquiridas após 7 dias de cura.

Fonte: Autora, 2023.

Observou-se através dos resultados mostrados na Figura 51 que os concretos não apresentaram diferenças significativas na resistência à tração na flexão. Os traços "rico" e "piloto" mantiveram-se ligeiramente superior ao concreto Portland de referência, corroborando com os resultados do ensaio de compressão.

Os resultados obtidos também se mostraram inferiores aos obtidos para argamassa geopolimérica. Segundo Monteiro (2001) e Silva (2006) os maiores resultados encontrados para os CP's de menores dimensões podem ser explicados pelo fato de que nos CP de maiores dimensões existem mais defeitos, como poros e trincas, em posições críticas. Desta forma, o material pode apresentar uma menor resistência mecânica, como foi o caso dessa pesquisa.

4.5.5. Análise Microestrutural dos Concretos

As amostras utilizadas para análise microestrutural dos concretos foram selecionadas dos pedaços de CP's do concreto Portland e traço "rico" do concreto geopolimérico após a carga de pico ter sido atingida e causado a ruptura dos mesmos. Os resultados são mostrados na Figura 52.

Figura 52 - Micrografias das superfícies dos concretos após ruptura: (a) e (b) concreto Portland; (c) e (d) concreto geopolimérico.



(a)

(b)



Fonte: Autora, 2023.

As imagens obtidas por MEV permitiram observar a morfologia e as características da região interfacial dos agregados com a matriz dos concretos estudados. As amostras do concreto Portland expressos na Figura 52 (a) e (b) sugerem a ocorrência de microestruturas esponjosas com vazios, indicando baixo grau de reação. Observou-se ainda poros maiores em sua microestrutura em comparação com o concreto geopolimérico. A ocorrência de poros pode ser explicada devido à evaporação em excesso da água presente na mistura, responsável também pela redução da resistência à compressão (ALBIDAH *et al.*, 2021).

Observou-se nas micrografias do concreto geopolimérico dispostas na Figura 52 (c) e (d), uma matriz compacta e densidade homogêneas atribuídas à presença de escória, que promoveu um reforço mais eficiente na estrutura de concreto geopolimérico, embora se constate a ocorrência de superfície com pequenos vazios aparentes. Isso mostra que a reação de geopolimerização ocorreu na mistura contribuindo para maior resistência à compressão. Podese notar uma distribuição bastante uniforme de agregados bem aderidos na matriz geopolimérica. Este tipo de microestrutura sem evidência de poros grandes é desejável para o comportamento mecânico superior do concreto Portland.

De acordo com Pereira *et al.* (2018), a microestrutura maciça da matriz geopolimérica apresentada na Figura 52 (c) e (d), indica cimento amorfo ou semicristalino, característico dos geopolímeros. E ainda, as poucas microfissuras observadas na matriz do concreto geopolimérico, provavelmente foram formadas para acomodar os campos de tensões associados às principais fissuras responsáveis pela ruptura do corpo de prova de concreto sob compressão.
De modo geral, a matriz geopolimérica mostrou-se relativamente densa sem rachaduras e poros óbvios entre o agregado e a matriz geopolimérica, o que também é uma das razões para as maiores resistências em comparação com concreto Portland. Para Zhao *et al.*, (2022), isso ocorre porque o principal produto da reação de geopolimerização é o gel de aluminossilicato , que é denso, tornando a microestrutura menos porosa e mais maciça em relação ao concreto de referência, mostrado na Figura 52 (a) e (b)

A Figura 53 apresenta a análise EDS e expõe os picos principais dos elementos presentes nos concretos Portland (a) e geopolimérico (b). O concreto Portland apresentou maior concentração de cálcio com 19,34%. em comparação ao geopolimérico, fato que pode justificar a sua instabilidade e fragilidade, por ter mais fases contendo cálcio.



Figura 53 - Imagens EDS das superfícies dos concretos (a) Portland e (b) Geopolimérico Rico.

Fonte: Autora, 2023.

A análise da amostra do concreto geopolimérico apresentou os maiores percentuais para os elementos de Silício com 19,44%, Alumínio com 11,45 % e Calcio com 3,06%, sugerindo

que estes compostos são provenientes dos precursores utilizados (metacaulim e escória). Como característica geral do concreto geopolimérico, este apresentou microestrutura menos porosa e mais maciça que a microestrutura do Concreto de Cimento Portland, apresentadas nas micrografias da Figura 52.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nesta pesquisa, pastas, argamassas e concreto de cimento geopolimérico foram desenvolvidos utilizando metacaulim, escória de alto forno, hidróxido de sódio e silicato de sódio. Os resultados do concreto foram comparados com o concreto de cimento Portland CPV-ARI através da fixação de alguns parâmetros de dosagem, como consumo de aglomerantes e relação água/aglomerante. As principais considerações deste estudo podem ser resumidas como:

- Os resultados obtidos dos ensaios físicos aplicados aos pós dos precursores e agregados, garantiram a utilização de matérias primas em conformidade com as normas técnicas;
- Caracterizações por DRX, FTIR e MEV comprovaram a eficiência do processo de calcinação do caulim à 850 °C por 2 horas, transformando-o em um material amorfo altamente reativo preparado para reagir quimicamente com o ativador alcalino e completar o processo de geopolimerização e a composição da escória de alto forno predominantemente formada por cálcio;
- O estudo da influência da escória realizado nas pastas geopoliméricas à base de metacaulim em CP's de 2,5 cm de diâmetro por 5 cm de altura submetidos a ensaio de resistência à compressão, demostrou eficiência e ganho de resistência para adições de até 40%. Ao passo que, adições a partir de 45% causaram redução de resistência atribuídas à presença de impurezas como óxidos de ferro presentes na composição da escória de alto forno e agindo como elementos formadores de poros;
- O percentual ideal de adição de escória nas pastas geopoliméricas à base de metacaulim foi de 35% com resistência à compressão em 7 dias de 36,53 MPa;
- A adição de areia às pastas proporcionou aumento de resistência à compressão em 7 dias para teores de até 50% em relação à massa seca da formulação. O percentual com maior resistência foi obtido para 40% de areia com 41,15 MPa;
- O concreto Portland CPV-ARI produzido para o traço "rico" alcançou a resistência estabelecida pela NBR 16697:2018 para ensaio de compressão aos 7 dias de cura, tornando-se parâmetro confiável para efeito comparativo;
- O concreto geopolimérico de traço "rico" sobrepôs-se ao Portland em 28,57% para os mesmos parâmetros de dosagem, mostrando-se um potencial substituto deste ligante e alcançando resistência à compressão em 7 dias de 48,3 MPa;

- A resistência à compressão do concreto geopolimérico diminuiu com o aumento de agregado graúdo utilizado no traço "piloto";
- Os concretos estudados não apresentaram diferenças significativas na resistência à tração na flexão;
- Os resultados de caracterização microestrutural revelaram que o Concreto de Cimento Geopolimérico apresentou boa aderência da interface matriz e agregados;
- Em suma, o aumento da resistência à compressão no geopolímero contatou-se está relacionado com a presença de óxidos de cálcio e magnésio na escória que levaram à formação de ligações mecânicas mais resistentes.

Em suma, o concreto geopolimérico apresentou propriedades mecânicas e microestruturais satisfatórias com base nas exigências normativas citadas nesta pesquisa. Tais características indicam uma possibilidade de aplicação em obras civis que demandam materiais que alcancem altas resistências nas idades iniciais, indústrias de pré-moldados e pavimentação.

5.1. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar as resistências do concreto geopolimérico em idades de 14, 21 e 28 dias;
- Estudar o efeito do tempo e da temperatura em diferentes condições de cura;
- Estudar o efeito de reforços no concreto.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABCP – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. A Indústria do Cimento e Desenvolvimento do Brasil. São Paulo, 2014.

ABDILA, Syafiadi Rizki, *et al.* "Potential of Soil Stabilization Using Ground Granulated Blast Furnace Slag (GGBFS) and Fly Ash via Geopolymerization Method: A Review." *Materials* 15.1 (2022): 375. Web.

AGUIRRE-GUERRERO, Ana María, Rafael Andrés Robayo-Salazar, and Ruby Mejía De Gutiérrez. "A Novel Geopolymer Application: Coatings to Protect Reinforced Concrete against Corrosion." Applied Clay Science 135 (2017): 437-46. Web.

AHMAD L. Almutairi, Bassam A. Tayeh, Adeyemi Adesina, Haytham F. Isleem, Abdullah M. Zeyad. Potential applications of geopolymer concrete in construction: A review, Case Studies in Construction Materials, Volume 15, 2021, e00733, ISSN 2214-5095.

AIE. O desafio de chegar a zero emissões na indústria pesada. 2020. Disponível online: https://www.iea.org/articles/the-challenge-of-reaching-zero-emissions-in-heavy-industry (acessado em 3 de agosto de 2022).

ALBIDAH, Abdulrahman, *et al.* "Characteristics of Metakaolin-based Geopolymer Concrete for Different Mix Design Parameters." Journal of Materials Research and Technology 10 (2021): 84-98. Web.

ALBUQUERQUE, Igor, *et al.* Análise das Emissões Brasileiras de Gases de Efeito Estufa e Suas Implicações para as Metas de Clima do Brasil de 1970-2019. Observatório do Clima, 2020. Disponível em: (https://seegbr.s3.amazonaws.com/Documentos%20Analiticos/SEEG_8/SEEG8_DOC_ANALITICO_SI NTESE_1990-2019.pdf). Acesso em: 15/12/2021 às 13:56pm.

AL-HUSSEINAWI, Fatimah N., *et al.* "The Impact of Molar Proportion of Sodium Hydroxide and Water Amount on the Compressive Strength of Slag/Metakaolin (Waste Materials) Geopolymer Mortar." *Advances in Civil Engineering* 2022 (2022): 1-14. Web

ANJOS, Janne Caroline Silva dos *et al*. **Reaproveitamento de resíduos do processo siderúrgico do ferro gusa (escória de alto forno) na elaboração de argamassas não estruturais**. 2021. http://repositorio.ufpa.br:8080/jspui/handle/2011/14284

ANTUNES, M. A.; GUIMARÃES, A. C. R.; MARQUES, G. L. **Uma solução viável para a reciclagem de resíduos industriais de ardósia em pavimentação**. Revista Ibero-Americana de Ciências Ambientais, v. 11, n. 4, p. 236-254, 2020.

APOLONIO, P. H. *et al.* **Produção de geopolímeros utilizando cinza da casca de arroz como fonte complementar de sílica**. **Cerâmica**, v. 66, p. 172-178, 2020.

ARCELLORMITTAL.Escóriadealto-forno.Disponívelem:https://brasil.arcelormittal.com/produtos-solucoes/coprodutos/coprodutos/escoriaalto-forno.Acessado em: 10/01/2022 às 18:08h.Acessado em: 10/01/2022 as 18:08h.

ASSI, Lateef N., Edward Deaver, and Paul Ziehl. "Using Sucrose for Improvement of Initial and Final Setting times of Silica Fume-based Activating Solution of Fly Ash Geopolymer Concrete." Construction & Building Materials 191 (2018): 47-55. Web.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10342: Concreto — Perda de abatimento — Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11579: Cimento Portland — Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 μm (nº 200). Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12142: Concreto — Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos. Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653**: Materiais pozolânicos — Requisitos. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13281-1: Argamassas inorgânicas — Requisitos e métodos de ensaios Parte 1: Argamassas para revestimento de paredes e tetos. Rio de Janeiro, 2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13579: Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas — Terminologia. Rio de Janeiro, 2013.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15894-3: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta Parte 3: Determinação da finura por meio da peneira 45 μm. Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16606: Cimento Portland — Determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16606: Cimento Portland — Determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 17054: Agregados - Determinação da composição granulométrica - Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5738: Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5739: Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6457: Amostras de solo — Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7211: Agregados para concreto - Requisitos. Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 18: Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2012.

AYENI, Olugbenga, Azikiwe Peter Onwualu, and Emmanuel Boakye. "**Characterization and Mechanical Performance of Metakaolin-based Geopolymer for Sustainable Building Applications**." Construction & Building Materials 272 (2021): Construction & Building Materials, 2021-02-22, Vol.272. Web.

AZEVEDO, A. G. S.; *et al.* **Produção de Cimento Geopolimérico a Partir de Cinza Volante e Soluções Ativadoras Simples e Compostas.** Cerâmica 63. p. 143-151. 2017.

AZIZ, I. H., *et al.* **Strength development of solely ground granulated blast furnace slag geopolymers**, Construction and Building Materials, Volume 250, 2020, 118720, ISSN 0950-0618, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118720. 2020.

BAJPAI, Rishabh, *et al.* "Environmental Impact Assessment of Fly Ash and Silica Fume Based Geopolymer Concrete." Journal of Cleaner Production 254 (2020): 120147. Web.

BARATA, M. S.; ANGÉLICA, R. S. **Caracterização dos resíduos cauliníticos das indústrias de mineração de caulim da amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade**. Cerâmica, [s.l.], v. 58, n. 345, p.36-42, mar. 2012. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132012000100007.

BARATA, M. S.; DAL MOLIN, D. C. C. "Avaliação preliminar do resíduo caulinítico das indústrias de beneficiamento de caulim como matéria-prima na produção de uma metacaulinita altamente reativa". 2002. 10 páginas.

BARBOSA, Cássio. **Processo Siderúrgico: 03- Alto Forno: Obtenção de Ferro Gusa.** INFOMET: [Acesso em 09/06/2021]. Disponível em: https://www.infomet.com.br/site/acos-e-ligas-conteudo-ler.php?codConteudo=234

BERGAYA, B.K.G. Theng, G. Lagaly (Eds.), "Handbook of clay science", Elsevier, Amsterdam (2006).

BERGAYA, F. *et al.* **TEM study of kaolinite thermal decomposition by controlled-rate thermal analysis**. Journal of Materials Science, v. 31, n. 19, p. 5069–5075, 1996.

BIGOTTO, Sherington Augusto Milani. **Estudo de traços de concreto permeável com adição de areia e sílica**. 2021. Disponível em: http://hdl.handle.net/11449/214192>.

BLANCO, Ignazio; CATAURO, Michelina. Geopolymers—**Design, Preparation, and Applications. Polymers**, [S.L.], v. 14, n. 5, p. 853, 22 fev. 2022.

BOGGIO, Aldo J. **Estudo comparativo de métodos de dosagem de concretos de cimento Portland**. 2000. Disponível em < http://hdl.handle.net/10183/12575>.

BOOPALAN, C., e NP Rajamane. 2017. "Uma investigação da resistência de adesão de barras de reforço em cinzas volantes e concreto geopolímero à base de GGBS." em *MATEC Web of Conferences*.

BOTELHO, Manoel Henrique Campo; MARCHETTI, Osvaldemar. **Concreto armado-Eu te amo**. Editora Blucher, 2018.

BRITO, W. S. *et al.* Desenvolvimento de geopolímeros a partir da ativação alcalina de cinza volante. Brazilian Journal of Development, v. 5, n. 3, p. 2576-2581, 2019.

BURIN, Eduardo Konrad. Uso de Resíduos Agrícolas para Produção de Eletricidade. ANAIS DO II SIMPÓSIO DE TECNOLOGIA 21 e 22, p. 45, 2013.

CAI, Rongjin, Zushi Tian, Hailong Ye, Zhen He, and Shengwen Tang. "The Role of Metakaolin in Pore Structure Evolution of Portland Cement Pastes Revealed by an Impedance Approach." *Cement & Concrete Composites* 119 (2021): 103999. Web.

CARLI, Évelyn Magalhães de *et al.* **Análise Comparativa entre Argamassas de Cimento Portland e Argamassas Geopoliméricas**. IX ENSUS – Encontro de Sustentabilidade em Projeto – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, maio de 2021. Disponível em: (https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/228819). Acesso em: 12/12/2021 às 10:22h.

CARVALHO, S. Z. F. Vernilli, B. Almeida, M.D. Oliveira, S.N. Silva. **Reducing** environmental impacts: The use of basic oxygen furnace slag in portland cement, Journal of Cleaner Production, Volume 172, 2018, Pages 385-390, ISSN 0959-6526.

CECHIN, Luana *et al.* Análise da viabilidade técnica da produção de compósitos cerâmicos utilizando resíduos de minério de ferro da Barragem do Fundão e escória de alto-forno à carvão vegetal. 2021. Disponível em http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/25004.

CHEN, Keyu, Dazhi Wu, Ming Yi, Qimao Cai, and Zhenying Zhang. "Mechanical and Durability Properties of Metakaolin Blended with Slag Geopolymer Mortars Used for Pavement Repair." *Construction & Building Materials* 281 (2021).

CHOI, Sung, and Kwang-Myong Lee. "Influence of Na2O Content and Ms (SiO2/Na2O) of Alkaline Activator on Workability and Setting of Alkali-Activated Slag Paste." *Materials* 12.13 (2019): 2072. Web.

CLIMÁTICAS, I. P. I. S. M. (2018). Aquecimento global de 1, 5 C. Relatório especial do Painel Intergovernamental sobre Mudanças Climáticas (IPCC).

CORDEIRO, G. C.; DÉSIR, J. M. Potencial de argila caulinítica de Campos dos Goytacazes, RJ, na produção de pozolana para concreto de alta resistência. Cerâmica, São Paulo, v. 56, p. 71-76, 2010.

CRUZ, Mateus Arlindo da *et al.* Análise da viabilidade do uso de resíduos de cana-deaçúcar para produção de aglomerantes sustentáveis. Matéria (Rio de Janeiro), v. 26, 2022.

DA ROCHA, Guilherme Gallo Neves. Caracterização microestrutural do metacaulim de alta reatividade. 2005.

DAI, J.; Wang, Q.; Xie, C.; Xue, Y.; Duan, Y.; Cui, X. O efeito da finura no índice de atividade de hidratação da escória de alto-forno granulada moída. *Materiais* 2019, *12*, 2984. https://doi.org/10.3390/ma12182984

Davidovits, J. (1999). "Chemistry of Geopolymeric Systems, Terminology", Proceedings of the Second International Conference Geopolymère '99, pp. 9- 40.

DAVIDOVITS, J. **30 Years of successes and failures in geopolymer applications**. market trends and potential breakthroughs. Geopolymer institute.Geopolymer. Melbourne, Australia: Conference, oct. 28-29. 2002.

DAVIDOVITS, J. A situação da pesquisa e desenvolvimento do geopolímero 2014. Geopolymer Camp 2014. Disponível em: http://www.geopolymer.com.br/pdf/R&D2014.pdf Acesso em: 17 dez. 2021.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer Chemistry and Applications / Joseph Davidovits.; 2011.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials. Journal of Thermal Analysis, v. 37, n. 8, p. 1633-1656, 1991.

DAVIDOVITS, J. Mineral Polymers and Methods of making Them. U.S. Patent 4.349.386, 1982.

DAVIDOVITS, J. Process for the fabrication of sintered panels and panels resulting from the application of this process. U.S. Patent n. 3,950,470, 13 abr. 1976.

DAVIDOVITS, J. Properties of Geopolymeric Cements.Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, Kiev, Ukraine, p. 131-149, 1994.

DAVIDOVITS, Joseph. **Geopolymer cement**. A review. Geopolymer Institute, Technical papers, v. 21, p. 1-11, 2013.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymer chemistry and applications. Geopolymer Institute, 2008.

DE ARAÚJO SANTANA, Cléo Márcio *et al.* **Avaliação da reatividade de rejeitos de caulim para uso como precursor geopolimérico.** Conjecturas, v. 21, n. 5, p. 362-380, 2021.

DE 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.

DJOBO, J. et al. **Gel Composition and Strength Properties of Alkali-Activated Oyster ShellVolcanic Ash: Effect of Synthesis Conditions**. Journal of the American Ceramic Society, v. 99, p. 3159-3166, 2016.

DUPUY, C., J. Havette, A. Gharzouni, N. Texier-Mandoki, X. Bourbon, and S. Rossignol. "Metakaolin-based Geopolymer: Formation of New Phases Influencing the Setting Time with the Use of Additives." Construction & Building Materials 200 (2019): 272-81. Web

EKINCI E., KAZANCOGLU Y. & MANGLA S. K. 2020. Using system dynamics to assess the environmental management of cement industry in streaming data context. Science of the Total Environment. 715: 136948

EL ALOUANI, Marouane, Saliha Alehyen, Mohammed El Achouri, and M'hamed Taibi. "Preparation, **Characterization, and Application of Metakaolin-Based Geopolymer for Removal of Methylene Blue from Aqueous Solution**." *Journal of Chemistry* 2019 (2019): 1-14. Web.

ELDEEB, A.B, V.N Brichkin, R.V Kurtenkov, and I.S Bormotov. "Extraction of Alumina from Kaolin by a Combination of Pyro- and Hydro-metallurgical Processes." Applied Clay Science 172 (2019): 146-54. Web. Elsevier BV.

FALCÃO, Patrícia Rodrigues *et al.* Estudo do efeito da salinidade na resistência não drenada em solo artificial a base de caulim. CRICTE, 2017.

FARIS, *et al.*. "**Review on Mechanical Properties of Metakaolin Geopolymer Concrete by Inclusion of Steel Fibers**." *Archives of Metallurgy and Materials* 67.1 (2022): 261. Web. FEBRIANTI, R.; HERLINA, F.; SAUKANI, M. **Rietveld Analysison X-Ray Diffractionof South Kalimantan Kaolin Clays**. BerkalaIlmiah Pendidik na Fisika, Indonésia, v. 6 n. 2, p. 171-179, 2018.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: Effect of the activator. Cement and Concrete Research, v. 35, p. 1984-1992, 2005.

FILHO, R. D. T., GHAVAMI, K., GEORGE, L.; SCRIVENER, K.L. England and Karen Scrivener Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability. Cement and Concrete Composites, v. 25, n. 2, p.185-196, 2003.

FILIPPONI, Alessandro, Giulia Masi, and Maria Chiara Bignozzi. "Pressing Metakaolinbased One-part Geopolymers: Influence of the Mix Design on Microstructural and Physical Properties." *Ceramics International* 48.4 (2022): 5814-823. Web.

FRANÇA, Fernando Cesar Coelho *et al.* Vigas de concreto reparadas com argamassa geopolimérica. Matéria (Rio de Janeiro), v. 23, 2018.

FURLANI E, *et al.* **Síntese e caracterização de geopolímeros contendo misturas de escória de aço não processada e metacaulim: o papel do tamanho da partícula de escória**. Ceram (2018) Int. https://doi-org.ez3.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.ceramint.2017.12.131

GARDOLINSKI J. E., Filho H. P. M., Wypych F. 2003. Comportamento térmico da caulinita hidratada. Química Nova., 26: 30-35.

GARTNER, Ellis; Tongbo Sui. Alternative cement clinkers, Cement and Concrete Research, Volume 114, 2018, Pages 27-39, ISSN 0008-8846,

GE, Xin, *et al.* "Selective Location of Kaolin and Effects of Maleic Anhydride in Kaolin/poly(ε-caprolactone)/poly(lactic Acid) Composites." *Applied Clay Science* 189 (2020): 105524. Web.

GLUKHOVSKY, VD (1957) **Produtos e estruturas à base de silicato de solo**. Publicação Gosstroiizdat . Kiev, URSS.

GOŁASZEWSKA, Małgorzata; Barbara Klemczak and Jacek Gołaszewski. "**Thermal Properties of Calcium Sulphoaluminate Cement as an Alternative to Ordinary Portland Cement**." Materials 14.22 (2021): 7011. Web.

GOMES, Carla Amado. **Energias Renováveis e Sustentabilidade**. REVISTA ELETRÔNICA DA PGE-RJ, v. 1, n. 1, 2018.

GRANIZO, M. L. *et al.* Influence of the starting kaolin on alkali-actived materials based on metakaolin. Study of the reaction parameters by isothermal conduction calorimetry. Journal of Materials Science, v. 35, p. 6309-6315, 2000.

GRIM, R. E. Applied clay mineralogy. New York: McGrawHill BOOK COMPANY, INC., 1962.

GUATAME-GARCIA, Aiana, M.W.N Buxton, F. Deon, Caroline Lievens, and Chris Hecker. "**Towards an On-line Characterisation of Kaolin Calcination Process Using Short-Wave Infrared Spectroscopy**." *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review* 39.6 (2018): Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 2018-02-23, Vol.39 (6). Web.

HAGER, Izabela, Mateusz Sitarz, and Katarzyna Mróz. "**Fly-ash Based Geopolymer Mortar for High-temperature Application** – Effect of Slag Addition." Journal of Cleaner Production 316 (2021): 128168. Web.

HANSEN, Débora Magali. Avaliação das propriedades pozolânicas de um resíduo de cerâmica vermelha para emprego como material cimentício suplementar. 2016.

HASNA Hamdane, *et. al.*, Effect of alkali-mixed content and thermally untreated phosphate sludge dosages on some properties of metakaolin based geopolymer material, Materials Chemistry and Physics, Volume 248, 2020.

HASSAN, Amer, MOHAMMED Arif, and M. SHARIQ. "Use of Geopolymer Concrete for a Cleaner and Sustainable Environment – A Review of Mechanical Properties and Microstructure." Journal of Cleaner Production 223 (2019): 704-28. Web.

HODHOD, Osama.A, Samiha.E Alharthy, and Shreen.M Bakr. "**Physical and Mechanical Properties for Metakaolin Geopolymer Bricks**." Construction & Building Materials 265 (2020): 120217. Web.

HOOTON, R. D.; GRUBER, K. A.; BODDY, A. M. "**The chloride penetration resistance of concrete containing High-Reactivity Metakaolin**". 20 a 22 de outubro de 1997. Simpósio Internacional do Concreto de Alto Desempenho. New Orleans, Louisiana.

HUAJUN, Zhu, Guangwei Liang, Haoxin Li, Qisheng Wu, Changsen Zhang, Zhifeng Yin, and Sudong Hua. "Insights to the Sulfate Resistance and Microstructures of Alkali-activated Metakaolin/slag Pastes." Applied Clay Science 202 (2021): 105968. Web.

HUBER, J. M. Kaolin Clays And Their Industrial Uses. J. M/ HUBER CORP. 141 páginas. 1949. I. Garcia-Lodeiro , A. Fernandez-Jimenez , A. Palomo

HUI-TENG, Heah CHENG-YONG, Mold Mustafa Al Bakri ABDULLAH, Ng YONG-SING, and Ridho BAYUAJI. "**Study of fly ash geopolymer and fly ash/slag geopolymer in term of physical and mechanical properties**." European Journal of Materials Science and Engineering (Online) 5.4 (2020): 187-98. Web.

HUMAD, Abeer M. Abeer M., Karin Karin Habermehl-Cwirzen, and Andrzej Andrzej Cwirzen. "Effects of Fineness and Chemical Composition of Blast Furnace Slag on Properties of Alkali-Activated Binder." *Materials* 12.20 (2019): 3447. Web.

IEA. "Cement", **IEA Report**. 2020. Available online: https://www.iea.org/reports/cement (accessed January 15, 2022).

IFTIKHAR, Sahar, Khuram Rashid, Ehsan Ul Haq, Idrees Zafar, Fahad K Alqahtani, and M. Iqbal Khan. "Synthesis and Characterization of Sustainable Geopolymer Green Clay Bricks: An Alternative to Burnt Clay Brick." Construction & Building Materials 259 (2020): 119659. Web.

IGE, EO; Inambao, Florida; Olanrewaju, OA; Duffy, KJ; Collins, OC **Drivers and Barriers to Industrial Energy Efficiency: A Case Study of the South African Cement** Finishing Plant; Acosta, MJ, Ed.; Nova Science Publishers: New York, NY, USA, 2020; Volume 33, pg. 45.

IGE, OE; Olanrewaju, OA; Duffy, KJ; Collins, OC Análise de Impacto Ambiental do Cimento Portland (CEM1) Usando o Método do Ponto Médio. *Energias* 2022, *15*, 2708. https://doi.org/10.3390/en15072708

INSTITUTE, Geopolymer.Visit to Geopolymer **Concrete Airport and EcoBuilding**. 2020. Disponível em: https://www.geopolymer.org/news/visit-airport-ecobuilding/. Acesso em: 10/12/2020.

JANKOVIĆ, Bojan, Milena Marinović-Cincović, and Marija Janković. "A New Data in the Kinetic and Thermodynamic Analysis of Non-isothermal Decomposition of Super-fine Kaolin Powder." Applied Clay Science 156 (2018): 160-68. Web.

JINDAL, BB, Alomayri, T., Hasan, A. *et al.* Concreto geopolimérico com metacaulim para sustentabilidade: uma revisão abrangente sobre as propriedades, síntese, desempenho e potencial de aplicação da matéria-prima. Environ Sci Pollut Res (2022).

KALOMBE, Rosicky Methode, *et al.* "Fly Ash-Based Geopolymer Building Materials for Green and Sustainable Development." Materials 13.24 (2020): 5699. Web.

KANNING, R. C. **Utilização da cinza de folha de bananeira como adição em argamassas de cimento portland**. 2013. 172 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais): Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

KATHIRVEL P, Thangavelu M, Gopalan R, Kaliyaperumal SRM (2017) **Características de ligação do aço de reforço embutido em concreto geopolímero**. In: Série de Conferências IOP: Ciências da Terra e do Meio Ambiente

KATHIRVEL, Parthiban, Murali GUNASEKARAN, Sreenath SREEKUMARAN, and Arathi KRISHNA. "Effect of Partial Replacement of Ground Granulated Blast Furnace Slag with Sugarcane Bagasse Ash as Source Material in the Production of Geopolymer Concrete." Medžiagotyra 26.4 (2020): 477-81. Web.

KAUR, Kamaldeep, Jaspal SINGH, and Manpreet KAUR. "**Compressive Strength of Rice Husk Ash Based Geopolymer: The Effect of Alkaline Activator**." Construction & Building Materials 169 (2018): 188-92. Web.

KHEDMATI, Mahdieh, Hani Alanazi, Yong-Rak Kim, Gabriel Nsengiyumva, and Sussan Moussavi. "Effects of Na2O/SiO2 Molar Ratio on Properties of Aggregate-paste Interphase in Fly Ash-based Geopolymer Mixtures through Multiscale Measurements." *Construction & Building Materials* 191 (2018): 564-74. Web. BOM

KHEIMI M, Aziz IH, Abdullah MMAB, Almadani M, Abd Razak R.Resíduos de materiaisviageopolimerizaçãoparaaplicaçõespesadas:umarevisão.Materiais.2022;15(9):3205.https://doi.org/10.3390/ma15093205

KRISHNA, R.S., Faiz Shaikh, Jyotirmoy Mishra, Georgy Lazorenko, Anton Kasprzhitskii. **Mine tailings-based geopolymers: Properties, applications and industrial prospects**. Ceramics International, Volume 47, Issue 13, 2021, Pages 17826-17843, ISSN 0272-8842.

KUMAR, R. Prasad, A. Srivastava, M. Vashista, MZ Khan. Aproveitamento de resíduos industriais (cinzas volantes) na síntese de compósitos superficiais à base de cobre por meio de rota de processamento por fricção e agitação para aplicações de desgaste. J. Limpo. Prod. (2018).

KUMAR, Anand, Claudia Marcolli, and Thomas Peter. "Ice Nucleation Activity of Silicates and Aluminosilicates in Pure Water and Aqueous Solutions – Part 3: Aluminosilicates." Atmospheric Chemistry and Physics 19.9 (2019): 6059-084. Web.

KUMAR, Awinash, and Pradip Lingfa. "Sodium Bentonite and Kaolin Clays: Comparative Study on Their FT-IR, XRF, and XRD." *Materials Today : Proceedings* 22 (2020): 737-42. Web.

KUMAR, P.; *et al.* Influência do metacaulim nas características de resistência e durabilidade do concreto geopolimérico à base de escória de alto forno granulado moído. Struct. Concr, 21 (3) (2020), pp. 1040 - 1050

KURT, C. AND BITTNER, J. (2006). Sodium hydroxide. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Wiley-VCH Verlag.

L.N. da Silva, "**Desenvolvimento de processos de síntese de sodalita a partir de rejeitos de caulins da região Amazônica**", Diss. Mestr., Un. Fed. Pará, Belém (2013).

LAGALY, G., TUFAR, W., MINIHAN, A., LOVELL, A. **Silicates**. In Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, (Ed.). doi:10.1002/14356007.a23_661, 2000.

LANGARO, Eloise Aparecida, *et al.* "A Influência Da Composição Química E Da Finura No Desempenho De Cimentos álcali Ativados Obtidos Com Escórias De Alto Forno." Matéria 22.1 (2017): Matéria, 2017, Vol.22 (1). Web. LENHARDT, KR, Breitzke, H., Buntkowsky, G. *et al.* **Síntese de aluminossilicatos ordenados de curto alcance em condições ambientais.** Representante Científico 11, 4207 (2021). https://doi-org.ez3.periodicos.capes.gov.br/10.1038/s41598-021-83643-w

LIMA, F. T. **Caracterização micro e nanoestrutural de compósitos geopoliméricos metacauliníticos**. 162p. Dissertação de mestrado em Ciências dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia (IME). Rio de Janeiro, 2004.

LIMA, Karen Lopes *et al*. Análise da reatividade pozolânica da cinza do bagaço da canade-açúcar. Brazilian Journal of Development, v. 6, n. 1, p. 1555-1559, 2020.

LIMA, M. A. *et al.* Emissão de gases de efeito estufa provenientes da queima de resíduos agrícolas no Brasil. Embrapa Meio Ambiente-Livro científico (ALICE), 1999.

LORENTZ, Brandon *et al.* Characterization of Florida kaolin clays using multipletechnique approach. Applied Clay Science, [s.l.], v. 161, p.326-333, set. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2018.05.001.

LUBELLI, B., D.A.M. De Winter, J.A. Post, R.P.J. Van Hees, and M.R. Drury. "Cryo-FIB– SEM and MIP Study of Porosity and Pore Size Distribution of Bentonite and Kaolin at Different Moisture Contents." *Applied Clay Science* 80-81 (2013): 358-65. Web.

LUCAS, Mathaus Moraes. **Materiais cimentícios geopoliméricos a partir de escória de alto forno: um estudo morfológico preliminar**. 2021. 74f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

LUZ, Adão Benvindo da; CHAVES, Arthur Pinto. **Tecnologia do Caulim: ênfase na indústria de papel**. Centro de Tecnologia Mineral. Rio de Janeiro/RJ. 2000.

MADANI, H., A.A Ramezanianpour, M. Shahbazinia, and E. Ahmadi. "Geopolymer Bricks Made from Less Active Waste Materials." Construction & Building Materials 247 (2020): 118441. Web.

MADEJSKA, L. *Et al.* **Properties of geopolymer binder obtained from fly ash. Technical Transactions. Chemistry**, v. 8, 2011. p. 113-118.

MAGNUS, Juliana Cezário. Estudo das Propriedades Físicas e Mecânicas de pastas de cimento geopoliméricas com adição de microfibras de aço. Revista Técnica Científica de Santa Catarina. UNESC, Santa Catarina, 2019.

MARC, Antoun, Frédéric Becquart, Najib Gerges, and Georges Aouad. "The Use of Calcium Sulfo-aluminate Cement as an Alternative to Portland Cement for the Recycling of Municipal Solid Waste Incineration Bottom Ash in Mortar." Waste Management & Research 38.8 (2020): 868-75. Web.

MARINKOVIĆ, S., J. Dragaš, I. Ignjatović, N. Tošić. Avaliação ambiental de concretos verdes para uso estrutural. J. Limpo. Prod., 154 (2017), pp. 633-649, 10.1016/J.JCLEPRO.2017.04.015

MEESALA, Chakradhara R., Nikhil K. Verma, and Shailendra Kumar. "**Critical Review on Fly-ash Based Geopolymer Concrete**." Structural Concrete : Journal of the FIB 21.3 (2020): 1013-028. Web.

MEHTA, Ankur, and Rafat SIDDIQUE. "Sustainable Geopolymer Concrete Using Ground Granulated Blast Furnace Slag and Rice Husk Ash: Strength and Permeability Properties." Journal of Cleaner Production 205 (2018): 49-57. Web.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais. 2ª Edição. Ed.: IBRACON. ISBN.:978-85-98576213. Português, p. 751, 2014.

MELO, Lis Guimaraes De Azeredo, Rachel Andrade Pereira, Eliane Fernandes Côrtes Pires, Fathi Aref Ibrahim Darwish, and Felipe José Da Silva. "**Physicochemical Characterization of Pulverized Phyllite Rock for Geopolymer Resin Synthesis**." Materials Research (São Carlos, São Paulo, Brazil) 20.Suppl 2 (2017): 236-43. Web.

MESGARI, A.; AKBARNEZHAD, S.; XIAO, J. Z. Recycled geopolymer aggregates as coarse aggregates for Portland cement concrete and geopolymer concrete: Effects on mechanical properties, Construction and Building Materials, Volume 236, 2020.

MOBILI, Alessandra, Antonio Telesca, Milena Marroccoli, Francesca Tittarelli, Calcium sulfoaluminate and alkali-activated fly ash cements as alternative to Portland cement: study on chemical, physical-mechanical, and durability properties of mortars with the same strength class, Construction and Building Materials, Volume 246, 2020, 118436, ISSN 0950-0618,

MOHD Basri, M.S.; Mustapha, F.; Mazlan, N.; Ishak, M.R. **Rice Husk Ash-Based Geopolymer Binder: Compressive Strength, Optimize Composition, FTIR Spectroscopy, Microstructural, and Potential as Fire-Retardant Material**. *Polymers* 2021, *13*, 4373. https://doi.org/10.3390/polym13244373

MOREIRA, C.C. **Características e desempenho de escórias de alto forno como agregado para utilização em camadas granulares de pavimentos**. 37^a RAPv/11° ENACOR. 2006. [Acesso em: 13/06/2019.] Disponível em: http://www.solocap.com.br/trabalhotecnico002.pdf

MORSY, M.s. *et al.* Facile production of nano-scale metakaolin: An investigation into mortar. Construction And Building Materials, [s.l.], v. 172, p.243-250, maio 2018.

NAGALIA, Gaurav, Yeonho Park, Ali Abolmaali, and Pranesh Aswath. "**Compressive Strength and Microstructural Properties of Fly Ash–Based Geopolymer Concrete**." Journal of Materials in Civil Engineering 28.12 (2016): 4016144. Web. NDALILA, Mercy N., Grant J. Williamson, and David M. J. S. Bowman. "Carbon Dioxide and Particulate Emissions from the 2013 Tasmanian Firestorm: Implications for Australian Carbon Accounting." Carbon Balance and Management 17.1 (2022): 7. Web.

NEHRING, Victor *et al.* **Utilização da escória de alto forno em materiais cimentícios**. A Construção Civil em uma perspectiva econômica, ambiental e social, v. 21, p. 323-330, 2021.

NETO, Antônio Alves Ferreira *et al.* **Utilização das cinzas do bagaço da cana-de-açúcar** (**cbc**) **na construção civil**. RECIEC-Revista Científica de Engenharia Civil, v. 5, n. 01, p. 13-23, 2022.

NGUYEN, L., AJ MOSESON, Y. FARNAM, S. SPATARI. Efeitos da composição e logística de transporte nas métricas ambientais, energéticas e de custo para a produção de ligantes cimentícios alternativos. J. Limpo. Prod., 185 (2018), pp. 628 – 645.

NUAKLONG P, Sata V, Chindaprasirt P (2018). **Propriedades de concreto de geopolímero de cinzas volantes com alto teor de cálcio e metacaulim contendo agregado reciclado de espécimes de concreto triturado**. Const Build Mater.

OLIVEIRA, Éder Alves de; FENILLI, Felipe Gustavo. Estudo de dosagem para determinação de traço de concreto. Engenharia Civil-Pedra Branca, 2019.

OLIVEIRA, W. S. CANDIDO, V. S., MONTEIRO, S. N., SILVA, A. C. R. **Desenvolvimento** de geopolímero para aplicação como refratário a partir do uso de metacaulim da região norte do brasil. Anais do 61° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Gramado, 2017.

ÖZBAY, Erdoğan, Mustafa Erdemir, and Halil İbrahim Durmuş. "**Utilization and Efficiency** of Ground Granulated Blast Furnace Slag on Concrete Properties – A Review." *Construction & Building Materials* 105 (2016): 423-34. Web.

OZCAN, Ahmet, and Mehmet B KARAKOC. "Evaluation of Sulfate and Salt Resistance of Ferrochrome Slag and Blast Furnace Slag-based Geopolymer Concretes." Structural Concrete : Journal of the FIB 20.5 (2019): 1607-621. Web.

OZER, I.; SOYER-UZUN, S. (2015) Relations between the structural characteristics and compressive strength in metakaolin based geopolymers with different molar Si/Al ratios. Ceramic International. 41: 10192–10198.

P. SOUZA SANTOS, *Ciência e tecnologia de argilas*, 2^a ed., v.2, Edgard Blucher, S. Paulo (1989).

PAIVA, Mayanne Vieira de *et al.* Geopolímeros: Uma revisão das características e aplicações na construção civil. In: Congresso Araguaiense de Ciências Exata, Tecnológica e Social Aplicada. Santana do Araguaia, p. 1- 11, 2020.

PALOMO, A., P. Krivenko, I. Garcia-Lodeiro, E. Kavalerova, O. Maltseva, and A. Fernández-Jiménez. "A Review on Alkaline Activation: New Analytical Perspectives." *Materiales De Construcción (Madrid)* 64.315 (2014): E022-24. Web.

PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. Alkaliactivated fly ashes: A cement for the future. Cement and Concrete Research, v. 29, n. 8, p. 1323-1329, 1999.

PAN, Dawei, Hanzhou Ye, Xiaoqian Wang, and Yang Zhang. "**Modified Geopolymer-based Wood Adhesive Using Waterborne Polyurethane.**" Bioresources 15.4 (2020): 7573-585. Web.

PASSUELLO,A., ED Rodríguez, E. Hirt, M. Longhi, SA Bernal, JL Provis, AP Kirchhei m. **Avaliação da potencial melhoria na pegada ambiental de geopolímeros usando ativadores derivados de resíduos**. J. Limpo. Prod., 166 (2017), pp. 680-689, 10.1016/J.JCLEPRO.2017.08.007

PENG, Hui, Chao Cui, Zhen Liu, C. S Cai, and Yang Liu. "Synthesis and Reaction Mechanism of an Alkali-Activated Metakaolin-Slag Composite System at Room Temperature." *Journal of Materials in Civil Engineering* 31.1 (2019): Journal of Materials in Civil Engineering, 2019, Vol.31 (1). Web.

PEREIRA, A. P. S.; RAMOS, F. T.; SILVA, M. H. P. **Microstructural analysis by MEV and MET of geopolymers synthesized with slag of blast furnace and steelworks**. *In:* 23° CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 04 a 08 de Novembro de 2018, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

PEREIRA, Diegles Simoes *et al.* "Comparative Analysis between Properties and Microstructures of Geopolymeric Concrete and Portland Concrete." Journal of Materials Research and Technology 7.4 (2018): 606-11. Web.

PEREIRA, Y., *et. al.*, **Obtenção de geopolímero com incorporação de rejeito arenoso**, XXVIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa Belo Horizonte-MG, 4 a 8 de Novembro de 2019.

PHAIR, J. W.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Characterization of fly-ash-based geopolymeric binders activated with sodium aluminate**. Industrial & engineering chemistry research, v. 41, n. 17, p. 4242-4251, 2002.

PHUMMIPHAN, Itthikorn, Suksun Horpibulsuk, Runglawan Rachan, Arul Arulrajah, Shui-Long Shen, and Prinya Chindaprasirt. "High Calcium Fly Ash Geopolymer Stabilized Lateritic Soil and Granulated Blast Furnace Slag Blends as a Pavement Base Material." *Journal of Hazardous Materials* 341 (2018): 257-67. Web.

PINTO, A. T. **Introdução ao estudo dos geopolímeros**. Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro. Vila Real, p. 92. 2006.

PIOTR Rożek; KRÓL, Magdalena; MOZGAWA, Włodzimierz, **Geopolymer-zeolite** composites: A review, Journal of Cleaner Production, Volume 230, 2019, Pages 557-579, ISSN 0959-6526, https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.152.

PIRES, V. P.; WATZKO, E. S.; VÁSQUEZ, T. G. P. Adsorção de índigo carmim em geopolímeros conformados a partir de resíduos industriais: revisão bibliográfica. Brazilian Journal of Development, v. 5, n. 12, p. 29704-29713, 2019.

PORTO, A. B. R. Estudo do Concreto Gopolimérico a partir de Metacaulim da Região Norte com Adição de Escória de Alto Forno. 2019. 67 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

POZZO, Dal; Alessandro, CARABBA, Lorenza; Maria Chiara BIGNOZZI, and Alessandro TUGNOLI. "Life Cycle Assessment of a Geopolymer Mixture for Fireproofing Applications." The International Journal of Life Cycle Assessment 24.10 (2019): 1743-757. Web.

PREZA, Carmen Raiza Aires Soares *et al.* **Geopolimerização do Metacaulim ferruginoso com adição de cinza volante**. Brazilian Journal of Development, v. 6, n. 3, p. 11768-11779, 2020.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymers – Structure, processing, properties and industrial applications**. Woodhead Publishing Limited, 2009. ISBN 978-1- 84569-638-2.

PROVIS, J.L. Alkali-activated materials. Cement and Concrete Research, Mar. 2017. Disponível em: < https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884616307700>. Acesso em: 24 Feb. 2017.

PURDON, A. O. The action of alkalis on blast-furnace slag. Journal of the Society of Chemical Industry. v. 59, n. 9, p. 191-202, 1940.

QUEIROZ, MTA *et al.* **Resultados preliminares: utilização da escória de alto forno a carvão vegetal em estruturas de concreto**. IV SEGeT–Simpósio de Excelência em Gestão e Tecnologia, Associação Educacional Don Bosco–AEDB, Resende–RJ, 2004.

RANJBAR, N *et al.* Hardening evolution of geopolymers from setting to equilibrium: A review. Cement and Concrete Composites, v. 114, 2020.

REZENDE, Maria Luiza de Souza *et al.* Uso de metacaulim em concreto seco: uma abordagem por superfície de resposta. Ambiente Construído, v. 12, p. 135-146, 2012.

ROCHA, Thais Da Silva, *et al.* "Metakaolin-based Geopolymer Mortars with Different Alkaline Activators (Na and K)." Construction & Building Materials 178 (2018): 453-61. Web.

ROVARIS, Iury Daniel. Estudo do efeito da borracha reciclada de pneus nas propriedades mecânicas do concreto geopolimérico e concreto de cimento Portland. Revista Técnica Científica de Santa Catarina. UNESC, Santa Catarina, 2018.

SÁ RIBEIRO, Ruy A., Marilene G. Sá Ribeiro, Gregory P. Kutyla, and Waltraud M. Kriven. "Amazonian Metakaolin Reactivity for Geopolymer Synthesis." Advances in Materials Science and Engineering 2019 (2019): 1-7. Web.

SALAS, Daniel A, Angel D Ramirez, Nestor Ulloa, Haci Baykara, and Andrea J Boero. "Life Cycle Assessment of Geopolymer Concrete." Construction & Building Materials 190 (2018): 170-77. Web.

SAMANTASINGHAR, S., SINGH, SP Propriedades Frescas e Endurecidas de Pasta e Argamassa de Geopolímero Misturadas com Cinzas Voadoras e Escórias. *Int J Concr Struct Mater* **13**, 47 (2019).

SANDANAYAKE, Malindu, Chamila Gunasekara, David Law, Guomin Zhang, Sujeeva Setunge, and Dennis Wanijuru. "Sustainable Criterion Selection Framework for Green Building Materials – An Optimisation Based Study of Fly-ash Geopolymer Concrete." Sustainable Materials and Technologies 25 (2020): E00178. Web.

SANTOS, G. Z. B.; MELO, J. A. F.; MANZATO, L. **Proposta de uma cerâmica obtida por meio de geopolimerização de lodo de ETA calcinado**. Cerâmica, v. 64, p. 276-283, 2018.

SATISH Kumar, D., Rameshwar Sah, Sarbendu Sanyal, and Ganapathi Prasad. "Measurement of Metallic Iron in Steel Making Slags." *Measurement : Journal of the International Measurement Confederation* 131 (2019): 156-61. Web.

SCRIVENER, KL; João, VM; Gartner, EM; Meio Ambiente, U. Cimentos ecoeficientes: soluções potenciais economicamente viáveis para uma indústria de materiais à base de cimento com baixo teor de CO2. *Cem. Concr. Res.* 2018, *114*, 2-26.

SEBASTIANY, L. D. Avaliação de métodos de determinação do potencial pozolânico de resíduos da indústria de cerâmica vermelha. 2014. 143 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos (Unisinos). São Leopoldo, 2014.

SILVA, A. M. *et al.* Influência da Concentração de Hidróxido de Sódio na Síntese de Geopolímero Usando a Escória como Precursor. *In*: XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, Florianópolis–SC. 2014. Ceramics International, Volume 44, 2018, Pages 1534-1537, ISSN 0272-8842.

SILVA, Adriano Lima *et al.* **Obtenção de mulita partindo de resíduo de caulim através de tratamento térmico em forno convencional**. Research, Society and Development, v. 10, n. 12, p. e283101220653-e283101220653, 2021.

SILVA, Alan Rodrigo Palheta. **Estudo do desempenho térmico e mecânico da argamassa geopolímérica a partir do metacaulim com adição de escória de alto forno**. 2019. 58 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

SILVA, Alisson Clay Rios, *et al.* **Fatigue behavior of steel fiber reinforced geopolymer concrete**, Case Studies in Construction Materials, Volume 16, 2022, e 00829, ISSN 2214-5095, https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00829.

SILVA, Beatriz Rocha *et al.* **Desenvolvimento de argamassas de reboco com a incorporação de caulim**. Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia-ISSN: 1984-5693, v. 13, 2021.

SILVA, Jaqueline Becker da. **Desenvolvimento preliminar de uma argamassa colante geopolimérica**. 2019.

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

SITARZ, Mateusz, Izabela Hager, and Marta Choińska. "Evolution of Mechanical Properties with Time of Fly-Ash-Based Geopolymer Mortars under the Effect of Granulated Ground Blast Furnace Slag Addition." Energies (Basel) 13.5 (2020): 1135. Web.

SJÖBERG, S. Silica in Aqueous Environments. Journal of Non-Crystalline Solids, v. 196, p.51-57, 1996.

SOARES, Joadelio Chagas, Dylmar Penteado Dias, Eduardo Atem De Carvalho, and Jodimar Soares De Azevedo. "Determination of Shear Strength by Iosipescu (V-notch) Method of Metakaolin-based Geopolymeric Resins Activated by Different Silicate and Hydroxide Combinations." Construction & Building Materials 275 (2021): 122120. Web.

SONAFRANK, C. Investigating 21st century cement production in interior Alaska using Alaskan resources. Cold Climate Housing Research Center, Report, v. 12409, 2010.

SOUSA, B Sousa, J A R Rego, D S B Brasil, and M C Martelli. "Síntese E Caracterização De Zeólita Tipo Sodalita Obtida a Partir De Resíduo De Caulim." *Cerâmica* 66.380 (2020): 404-12. Web.

SOUSA, Rebeka Manuela Lobo *et al.* **Estudo da qualidade do agregado infantil utilizado na construção civil.** Pesquisa, Sociedade e Desenvolvimento, v. 10, n. 14, pág. e420101422295-e420101422295, 2021.

SUKMAK P, HORPIBULSUK S, SHEN S.L. Strength development in clay–fly ash geopolymer. Construction and Building Materials, v. 40, p. 566-574, 2013.

SUMMERBELL, DL; Barlow, CY; Cullen, JM Potencial redução de emissões de carbono por melhoria de desempenho: Um estudo de caso da indústria de cimento. J. Limpo. Prod. 2016, 135, 1327-1339.

SUN, Yubo, Shizhe Zhang, A.V. Rahul, Yaxin Tao, Filip Van Bockstaele, Koen Dewettinck, Guang Ye, and Geert De Schutter. "Rheology of Alkali-activated Slag Pastes: New Insight from Microstructural Investigations by Cryo-SEM." *Cement and Concrete Research* 157 (2022): 106806. Web.

SZIGETHY, Leonardo; ANTENOR, Samuel. Resíduos sólidos urbanos no Brasil: desafios tecnológicos, políticos e econômicos. IPEA - **Centro de Pesquisa em Ciência, Tecnologia e Sociedade,** 2020. Disponível em < https://www.ipea.gov.br/cts/pt/central-de-conteudo/artigos/artigos/217-residuos-solidos-urbanos-no-brasil-desafios-tecnologicos-políticos-e-economicos>.

TANG, Jiabo, Xiang Ji, Xinghong Liu, Wei Zhou, Xiaolin Chang, and Sifan Zhang. "Mechanical and Microstructural Properties of Phosphate-based Geopolymers with Varying Si/Al Molar Ratios Based on the Sol-gel Method." *Materials Letters* 308 (2022): 131178. Web.

TEH, S.H., T. Wiedmann, A. Castel, J. de Burgh. **Hybrid life cycle assessment of greenhouse gas emissions from cement, concrete and geopolymer concrete in Australia**. J. Clean. Prod., 152 (2017), pp. 312-320.

TOPARK-NGARM, Pattanapong, Prinya Chindaprasirt, and Vanchai Sata. "Setting Time, Strength, and Bond of High-Calcium Fly Ash Geopolymer Concrete." Journal of Materials in Civil Engineering 27.7 (2015): 4014198. Web.

USGS, 2020. Iron and Steel Slag Data Sheet - **Mineral Commodities Summary** 2020. Available at https://pubs.usgs.gov/periodicals/mcs2020/mcs2020-iron-steel-slag.pdf [last accessed 6/4/2020].

VAFAEI, M., ALLAHVERDI, A. (2017). High strength geopolymer binder based on wasteglass powder. Advanced Powder Technology 28, 215–222.

VAN JAARSVELD, J. G. S., VAN DEVENTER, J. S. J., & LORENZEN, L. The Potential Use Of Geopolymeric Materials To Immobilise Toxic Metals: Part I. Theory And Applications. Minerals Engineering, 10(7), 659-669. (1997).

VANITHA, N., and R. JEYALAKSHMI. "Structural Study of the Effect of Nano Additives on the Thermal Properties of Metakaolin Phosphate Geopolymer by MASNMR, XPS and SEM Analysis." Inorganic Chemistry Communications 153 (2023): 110758. Web.

VERMA, Chandrabhan, *et al.* "Epoxy Resins as Anticorrosive Polymeric Materials: A Review." Reactive & Functional Polymers 156 (2020): 104741. Web.

VIECILI, Maycon Jonas Consalter; HASTENPFLUG, Daniel; GIRARDI, Ricardo. Comparativo entre o teste de Vicat e a calorimetria semi-adiabática para determinação do tempo de início e fim de pega em cimentos Portland. Matéria (Rio de Janeiro), v. 23, 2018.

WANDERLEY, G. V.; MARINHO, E. P.; MARINHO, G. S. Variação de Propriedades Térmicas de Geopolímeros em Função da Razão de SiO₂/Al₂O₃. Academias Roraimense e Paraense de Ciências. Universidade Federal de Pernambuco e Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2021.

WANDERLEY, G. V.; MARINHO, E. P.; MARINHO, G. S. Variação de Propriedades Térmicas de Geopolímeros em Função da Razão de SiO₂/Al₂O₃. Academias

WANG, H.L.; LI, H.H.; YAN, F.Y. (2005) Synthesis and mechanical properties of metakaolinite-based geopolymer. Colloids Surface, A 268 1–6.

WEERDT, K. **Geopolymers-State of the art.** COIN Project Report 372011. Oslo:[sn]. Disponível em:< http://www.sintef.com/home/Publications/EmployeePublications.

WEISE, Kira, Neven Ukrainczyk, Aaron Duncan, and Eduardus Koenders. "**Enhanced Metakaolin Reactivity in Blended Cement with Additional Calcium Hydroxide**." Materials 15.1 (2022): 367. Web.

WILLIAM Valencia-Saavedra, Ruby Mejía de Gutiérrez, Marisol Gordillo, **Geopolymeric concretes based on fly ash with high unburned content,** Construction and Building Materials, Volume 165, 2018, Pages 697-706.

XU, Shilang, *et al.* "Influence of the PVA Fibers and Si NPs on the Structural Properties of Fly Ash Based Sustainable Geopolymer." Construction & Building Materials 164 (2018): 238. Web.

YONG, Cui, Dongmin Wang, Yiren Wang, Rui Sun, Yafeng Rui, Effects of the n(H2O: Na2Oeq) ratio on the geopolymerization process and microstructures of fly ash-based geopolymers, Journal of Non-Crystalline Solids, Volume 511, 2019, Pages 19-28.

YUAN, P. He, *et al.* Effect of curing temperature and SiO 2 /K 2 O molar ratio on the performance of metakaolin-based geopolymers. Ceram. Int., 42 (2016), pp. 16184 – 16190.

ZAHN, E. J. S. *et al.*, Estudo comparativo das propriedades das argamassas de cimento portland e geopolímero. Revista Saberes da UNIJIPA. Vol. 16, nº 1, p. 75 - 85, 2020.

ZHAN J, Li H, Pan Q, Cheng Z, Li H, Fu B. Efeito da escória na resistência e nas propriedades de encolhimento de geopolímeros à base de metacaulim. *Materiais* . 2022.

ZHANG, Zhengwei, Haoyang Yu, Mengxue Xu, Xuemin Cui. **Preparation, characterization and application of geopolymer-based tubular inorganic membrane**. Applied Clay Science, Volume 203, 2021.

ZHAO, Qiuhong, Youqun Wang, Meng Xie, and Baoshan Huang. "Experimental Study on Mechanical Behavior of Steel Fiber Reinforced Geopolymeric Recycled Aggregate Concrete." Construction & Building Materials 356 (2022): 129267. Web.

ZHENMING, Li, Shizhe Zhang, Yibing Zuo, Wei Chen, and Guang Ye. "Chemical Deformation of Metakaolin Based Geopolymer." Cement and Concrete Research 120 (2019): 108-18. Web.

ZHU, Xingyi *et al.* Effects of carbon nanofibers on hydration and geopolymerization of low and high-calcium geopolymers. Cement And Concrete Composites, [S.L.], p. 104695, ago. 2022.