UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

ANA BEATRIZ RODRIGUES PORTO

ESTUDO DO CONCRETO GEOPOLIMÉRICO A PARTIR DE METACAULIM DA REGIÃO NORTE COM ADIÇÃO DE ESCÓRIA DE ALTO FORNO

ANANINDEUA-PA

2019

ANA BEATRIZ RODRIGUES PORTO

ESTUDO DO CONCRETO GEOPOLIMÉRICO A PARTIR DE METACAULIM DA REGIÃO NORTE COM ADIÇÃO DE ESCÓRIA DE ALTO FORNO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Pará em cumprimento as exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva.

ANANINDEUA-PA

2019

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)

P839e Porto, Ana Beatriz Rodrigues
Estudo do Concreto Geopolimérico a partir de Metacaulim da Região Norte com adição de Escória de Alto Forno / Ana Beatriz Rodrigues Porto. — 2019.
67 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

1. Concreto. 2. Escória. 3. Geopoliméro. I. Título.

CDD 620.11

ANA BEATRIZ RODRIGUES PORTO

ESTUDO DO CONCRETO GEOPOLIMÉRICO A PARTIR DE METACAULIM DA REGIÃO NORTE COM ADIÇÃO DE ESCÓRIA DE ALTO FORNO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Pará em cumprimento as exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

DATA DA AVALIAÇÃO: 24.05.2019

CONCEITO: _____.

BANCA EXAMINADORA:

_____

Prof. (Dr. Alisson Clay Rios da Silva – FEMAT - UFPA) (Orientador)

_____

Prof. (Dra. Verônica Scarpini Candido – FEMAT - UFPA) (Membro Interno)

_____

Prof. (Dra. Roseane de Lima Silva – FEMAT - UFPA) (Membro Interno)

AGRADECIMENTOS

Agradeço principalmente a Deus por tudo que tem feito por mim, por iluminar sempre meus caminhos e colocar pessoas maravilhosas na minha vida.

Aos meus pais, ANA CRISTINA e NIZOMAR PORTO, que sempre me deram incentivo para todos os projetos na minha vida. A minha irmã TATIANA FERREIRA, por sempre aguentar as minhas chatices. Agradecer a grande e mais valiosa joia que Deus me deu, meu filho, meu companheiro PAULO VINICIUS. De todo o meu coração, dedico aos meus avós maternos MARIA DE FÁTIMA e ao meu avô que sempre quis me ver formada, mas sempre acompanhou meus passos aonde quer que ele esteja, meu avô ANDRÉ RODRIGUES. E a todos os meus familiares que sempre me apoiaram em tudo.

Agradeço também àqueles os quais escolhi para fazer parte da minha vida e da minha família, que de algum modo estiveram presentes em momentos muito importantes e especiais para mim. Agradeço as minhas amigas mais que especiais, Karymme Oliveira e Cintia Matos, agradeço por sempre me apoiarem. Obrigado aos meus amigos verdadeiros que em momentos de desespero e desilusão me deram forças para continuar na graduação. Aos meus colegas de turma, sempre juntos nesses 5 anos, Paulo Victor você e excepcional não tinha dia ruim para você, o abraço, mas gostoso de todas as manhãs, a vocês Karolina Seixa, Alan Palheta, Camily Peres, Cesar Augusto, Evandro do Rosário, e Sandy Teixeira, Mataus e Andrey (2016) obrigada por cada ajuda, um apoio, juntos não desistimos uns dos outros (juntos e Shallow Now). Obrigados a todos os professores da Faculdade de Engenharia de Materiais. Agradeço também a Miriane Alexandrino pelo apoio na reta final da entrega do tcc. E ao Jhonny Ramos tecnico do laboratório de química, em sempre ajudar com as análises e interpretações de tais. Não posso esquecer da família Ferreira, segunda casa. Ao meu namorado THIAGO FERREIRA, sempre me apoiando nesses 5 anos, me levando para todos eventos da universidade. Muito obrigada!!!

Obrigado ao Profº Msc. Marcos do IFPA, sem ele não teria a oportunidade de ter os resultados para o TCC, desde o resíduo até os ensaios finais. Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva pela paciência em me orientar. Obrigado a todos que me apoiaram direta ou indiretamente.

RESUMO

Os Geopolímeros são polímeros inorgânicos de uma nova classe de materiais que apresentam características particulares, sendo sintetizados a partir de reações de geopolimerização de vários constituintes, como matérias-primas naturais de origem geológica contendo aluminossilicatos, que conferem a este material boas propriedades mecânicas. A necessidade de redução de consumo de energia e de emissão de CO_2 é uma exigência constante na indústria de cimento Portland, gerando esforços na melhoria da eficiência dos processos de fabricação, assim como o aproveitamento de resíduos e subprodutos de outras indústrias. O cimento geopolimérico possui características especiais, pois é desenvolvido com tecnologia inovadora empregando principalmente argilominerais, de forma distinta em relação a indústria cimenteira tradicional que tem como principal fonte de matéria-prima a rocha calcárea objetivando gerar o clínquer Portland. Os Concretos de Cimento Geopolimérico (CCG) são concretos desenvolvidos a partir do aglomerante Geopolimérico. Esses concretos apresentam propriedades físicas e mecânicas bem similares àquelas apresentadas pelos Concretos de Alto Desempenho (CAD). Neste trabalho, por meio de uma dosagem adaptada dos componentes que constituem o geopolímero, foi desenvolvido o concreto de cimento geopolimérico (CCG), que teve suas particularidades comparadas com o concreto de cimento Portland (CCP), através da fixação do parâmetro de dosagem, como a relação água/aglomerante. Para a obtenção do metacaulim, houve a necessidade de calcinar o caulim em uma temperatura de 850ºC por 2 horas e o resíduo utilizado foi Escória de Alto Forno como principal fonte de Cálcio. Estas matérias-primas foram caracterizadas por EDs e DR-X para o conhecimento das composições químicas dos precursores geopoliméricos. Foram realizados estudos preliminares de pasta e argamassas geopoliméricas com 7 dias de cura. Os melhores percentuais encontrados foram 45% de Escória de Alto Forno para a pasta e 69% de areia em Argamassa. Estes resultados então foram aplicados para o estudo do Concreto de Cimento Geopolimérico, posteriormente submetidos a ensaios de compressão na idade de 7 dias. Os resultados mostraram que o CCG atingiu resistência à compressão média de 42 Mpa, se enquadrando na normativa de Concreto de Alta resistência inicial e mostrando resultados similares ao do Concreto de Cimento Portland. As superfícies de fratura foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), a partir dos fragmentos retirados dos corpos-de-prova rompidos no ensaio mecânico. As análises apresentaram a melhor aderência matriz/agregado no CCG em comparação ao CCP.

PALAVRAS-CHAVE: concreto, geopolímero, escória.

ABSTRACT

Geopolymers are inorganic polymers of a new class of materials that have particular characteristics and are synthesized from geopolymerization reactions of various constituents as natural raw materials of geological origin containing aluminosilicates which give this material good mechanical properties.The need to reduce energy consumption and CO_2 emissions is a constant requirement in the Portland cement industry, generating efforts to improve the efficiency of manufacturing processes, as well as the use of waste and by-products from other industries. The geopolymer cement has special characteristics, because it is developed with innovative technology employing mainly clay minerals, in a different way in relation to the traditional cement industry that has as main source of calcareous rock the objective to generate Portland clinker.Geopolymer Concrete Concretes (GCC) are concrete developed from the Geopolymer binder. These concretes present physical and mechanical properties very similar to those presented by High Performance Concrete (CAD).In this work, by means of an adapted dosage of the components that constitute the geopolymer, the concrete of geopolymeric cement (CCG) was developed, which had its peculiarities compared to the Portland cement concrete (CCP), through the fixation of the dosage parameter, as the water / binder ratio.To obtain the metacaulim, it was necessary to calcine the kaolin at a temperature of 850ºC for 2 hours and the residue used was blast furnace slag as the main source of calcium. These raw materials were characterized by EDs and DR-X for the knowledge of the chemical compositions of the geopolymer precursors. Preliminary studies of geopolymer paste and mortar were carried out with 7 days of cure. The best percentages were 45% of Blast Furnace Slag for pulp and 69% of Sand in Mortar. These results were then applied to the study of Geopolymeric Concrete, which were submitted to compression tests at the age of 7 days. The results showed that the GCC reached an average compressive strength of 42 Mpa, in compliance with the initial high strength concrete standard and showing results similar to that of Portland cement concrete.The fracture surfaces were analyzed by scanning electron microscopy (SEM), from the fragments removed from the specimens ruptured in the mechanical assay. The analyzes presented the best adhesion matrix / aggregate in the CCG in comparison to the CCP.

KEYWORDS: concrete, geopolymer, slag.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Gráficos moleculares de computador de polímero, Poli (Sialato) de Mn - (- Si-O-Al-O)n e poli (Sialato-siloxo) de Mn - (- Si-O-Al-O-Si-O-n), e estruturas relacionadas. 18

Figura 2: Representação esquemática dos polissialatos. 18

Figura 3 - Estrutura da caulinita dos eixos b e c, mostrando a unidade estrutural de uma folha tetraédrica e uma octaédrica 19

Figura 4 - Estrutura Química e Aplicações dos Geopolímeros 28

Figura 5 - Matérias-primas utilizadas na produção do Concreto de Cimento Geopolímero: (a) Metacaulim, (b) escoria de alto forno (c) solução de KOH comercial em escamas e silicato de Sódio alcalino, (d) areia lavada, (e) brita zero. 34

Figura 6 - Calcinação do caulim para metacaulim. (a) caulim em forno mufla; (b) cadinho após a retirada. 36

Figura 7 - Processo de moagem da EAF por 3 Horas. 36

Figura 8 - Procedimento de mistura do CCG: (a) mistura do agregado graúdo e a solução, (b) mistura do agregado miúdo e (c) mistura do MKL e EAF. 38

Figura 9 - Procedimento de abatimento de tronco de cone. 39

Figura 10 - Confecção dos corpos de prova (Ø10X20) cm: (a) CP's moldados de CCP, (b) CP's de CCG com cobertura com plástico e (c) desmoldagem dos CP's após 24 Horas. 39

Figura 11 - Prensa hidráulica EMIC, de capacidade 200 toneladas - IFPA. 40

Figura 12 - Microscópio eletrônico de varredura da IFPA. 41

Figura 13 - Máquina de deposição de ouro. 41

Figura 14 - Difração de Raios-X do Metacaulim. 43

Figura 15 - Difração de Raios-X de Escoria de Alto Forno. 44

Figura 16 - Pasta Geopolimérica com 0% de EAF. (a) Aumento de 100X; (b) Aumento de 1000X; (c) Aumento de 5000X e (d) Análise de EDS. 46

Figura 17 - Pasta Geopolimérica com 45% de EAF. (a) Aumento de 100X; (b) Aumento de 1000X; (c) Aumento de 5000X e (d) Análise de EDS. 47

Figura 18 - EDs com mapa com os principais elementos encontrados na pasta com 45% EAF referente à figura 15b (1000x): (a) Concentrações de Calcio (b) Concentrações de Silício (c) Oxigênio (d) Concentrações de Alumínio. 47

Figura 19 - Análise de micrografia da Argamassa 69% de areia (MEV): (a) micrografia da superfície externa CP (1000x); (b) micrografia da superfície interna do CP (1000X). 50

Figura 20 - Medida do Abatimento de tronco de cone do CCG. 52

Figura 21 – Micrografias das superfícies do concreto CCG com 7 dias. (a) Aumento de 100X (b) Aumento de 1000X (c) Aumento de 5000x (d) EDS. 55

Figura 22 - Micrografias das superfícies do concreto CCP com 7 dias. (a) Aumento de 100X (b) Aumento de 1000X (c) Aumento de 10.000x e (d) EDS. 56

Figura 23 - Análise de Mapa composicional do CCG: (a) Silício; (b) Alumínio; (c) Cálcio e (d) O_2. 58

Figura 24 - Análise de Mapa composicional do CCP: (a) Calcio; (b) Silício; (c) Alumínio e (d) O_2. 59

LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Características química do silicato de sódio (SS) 32
Tabela 2 - Características físicas do silicato. 32
Tabela 3 - Características físicas do KOH. 32
Tabela 4 - Características físicas do CPV-ARI. 33
Tabela 5 - Características químicas do CPV-ARI. 33
Tabela 6 - Composição química do CPV-ARI. 33
Tabela 7 - Caracterização química do Metacaulim por EDS. 42
Tabela 8 - Composição química da Escoria de Alto Forno. 44
Tabela 9 – Características do CCG. 51
Tabela 10 - Características do CCP 52
Tabela 11 - Resultados do ensaio de compressão do CCG e CCP com 7 dias. 53

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12

1.1 OBJETIVOS 14

1.1.1 Objetivo Geral 14

1.1.2 Objetivo Específico 14

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 15

2.1 GEOPOLÍMEROS 15

2.2 ESTRUTURA DOS GEOPOLIMEROS E A GEOPOLIMERIZAÇÃO 17

2.3 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS PARA O GEOPOLÍMERO 19

2.3.1 Metacaulim (MKL) 19

2.3.2 Ativadores 21

2.3.3 Geopolímeros com resíduos agrícolas 24

2.3.4 Resíduos industriais 25

2.4 APLICAÇÃO DOS GEOPOLÍMEROS 27

3 MATERIAIS E MÉTODOS 30

3.1 MATERIAIS 31

3.1.1 Metacaulim (MKL) 31

3.1.2 Escória de Alto Forno (EAF) 31

3.1.3 Solução alcalina 31

3.1.4 Cimento geopolimérico (pasta) 32

3.1.5 Cimento Portland 33

3.1.6 Agregado miúdo 34

3.1.7 Agregado graúdo 34

3.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL 35

3.2.1 Calcinação do caulim (Metacaulim) 35

3.2.2 Escória de Alto Forno (EAF).....36
3.2.3 Metodologia da obtenção da pasta e Argamassa Geopolímerica 36
3.2.4 Dosagem do Concreto de Cimento Geopolimérico (CCG).....37
3.2.5 Dosagem do concreto de cimento Portland (CCP).....38
3.2.6 Ensaio de Abatimento de tronco de cone.....38
3.2.7 Confecção dos corpos de prova cilíndricos 39
3.2.8 Resistencia a compressão axial 40
3.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 40
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....42
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS 42
4.1.1 Metacaulim 42
4.1.2 Escória de Alto Forno (EAF).....43
4.1.3 Estudos preliminares da pasta Geopoliméricas 45
4.1.4 Estudos preliminares da argamassa Geopoliméricas.....49
4.2 DOSAGEM DO CONCRETO CCG 51
4.3 DOSAGEM DO CONCRETO CCP 52
4.5 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE COMPRESSÃO PARA O CCG E CCP 53
4.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DOS CCG e CCP (MEV) 54
5 CONCLUSÕES.....60
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 61
REFERENCIAS.....62

1 INTRODUÇÃO

Há anos se vem buscando diversos tipos de materiais para se utilizar em construções civis, nos quais estes materiais necessitam ter alta resistência mecânica, durabilidade e resistência a intemperes (Silva, 2006a).

Um dos materiais mais conhecidos é o concreto de Cimento Portland. A maioria das obras empregam materiais formados de rochas e ligantes que por sua vez são constituídos a partir de argilas, cinzas vulcânicas, calcário e resinas de animais e vegetais (CASCAES, 2016).

Com o passar dos anos o concreto vem sendo um dos materiais mais usados devido a sua versatilidade de confecção, moldagem e baixo custo. A principal composição de um concreto é feita a partir de um material homogêneo composto por agregados (brita, areia, material pulverizado) e por aglomerante, com função de uni-los, dando-lhe resistência mecânica com o passar do tempo de acordo com Cascaes (2016).

Para Candido (2018) o concreto geopolimérico, a pasta geopolimérica é utilizado como aglomerante ao invés do cimento Portland. Os geopolímeros, também chamados polissialatos, são polímeros inorgânicos de uma classe de materiais que apresentam características físicas e químicas singulares. Na produção de geopolímeros, aluminossilicatos são dissolvidos parcialmente com soluções alcalinas contendo NaOH ou KOH (CANDIDO, 2018). O resultado é uma matriz amorfa com partículas cristalinas dispersas provindas de material não reativo. A razão Silício/Alumínio (Al/Si) é a principal variável no processo de geopolimerização. São obtidos por um processo semelhante àquele empregado na síntese de zeólitas cristalinas, processo consiste na polimerização hidrotérmica em ambiente altamente alcalino (DAVIDOVITS, 1988).

A matéria-prima para a produção do geopolimero e uma material não renovável, utilizado também em coberturas de papeis e ingredientes para tintas, onde e composto por aluminossilicatos que 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 (SILVA, 2006a).

Os polímeros inorgânicos, são materiais de aluminosilicato que apresentam excelentes propriedades físicas e químicas e uma ampla gama de aplicações potenciais, incluindo estruturas pré-moldadas e elementos não estruturais, pavimentos e produtos de concreto, contenção e imobilização de resíduos tóxicos, perigosos e radioativos, ferramentas estruturais avançadas e cerâmicas refratárias e compósitos resistentes ao fogo utilizados em edifícios, aviões, construção naval, carros de corrida e indústria de energia nuclear (KOMNITSAS; ZAHARAKI, 2007).

De acordo com os estudos de Davidovits (2002), a produção de 1(uma) tonelada de cimento geopolimérico gera 0,180 tonelada de CO_2, em comparação com 1(uma) tonelada de CO_2 para 1(uma) tonelada de cimento Portland produzido. Cimento geopolimérico gera quase seis vezes menos CO_2 durante a fabricação do que o cimento Portland. Isto significa que, nos países de industrialização recente, produzem seis vezes mais cimento para aplicações de infraestrutura e construção. Esta classe de materiais é conhecida por se apresentar como uma alternativa benéfica para o meio ambiente, como a produção industrial de suas matérias-primas se reduz até seis vezes o lançamento de CO_2 na atmosfera, quando comparado com a produção de cimento Portland (TRINDADE et al., 2017).

As vantagens dos geopolimeros sobre a Portland que podem se destacar são: a inércia química em relação a algumas patologias comuns aos produtos à base de cimento Portland (DAVIDOVITS, 1994). A resistência às altas temperaturas, o que permite desenvolvimento de estruturas mais resistentes à ação do fogo (KONG; SANJAYAN, 2010), e a alta durabilidade química (BAKHAREV, 2005a, 2005b).

Diante da base de vantagens do uso do geopolímeros, do seu potencial de aplicação, esta pesquisa visa promover o estudo de Concreto de Cimento Geopolimérico, através de parâmetros físicos, mecânicos e microestruturais dos estudos preliminares de pasta e argamassa, para obtenção do Concreto de Cimento Geopolimérico, usando as matérias-primas o Metacaulim como principal fonte de aluminossilicato, com substituição de resíduos de Escória de Alto forno como fonte principal de Cálcio.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

O presente trabalho teve como objetivo principal produzir o concreto de Cimento Geopolimérico a partir da substituição parcial do Metacaulim da região norte do Brasil pela adição de resíduo de Escória de Alto Forno (EAF), bem como sua comparação com o Concreto de Cimento Portland.

1.1.2 Objetivo Específico

- Caracterizar química e fisicamente o Metacaulim da região norte e a Escória de Alto Forno, para avaliar o potencial para a produção de materiais cimentícios geopoliméricos;
- Utilizar resíduo industrial (escória de alto forno), como forma de substituição de matérias-primas naturais;
- Estudar as melhores proporções entre as matérias-primas disponíveis;
- Estudar o comportamento mecânico do concreto de cimento geopolimérico e do concreto de cimento Portland por meio de ensaio de resistência à compressão;
- Estudar a morfologia da região de fratura dos concretos, através de análise microestrutural.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 GEOPOLÍMEROS

Os geopolímeros são polímeros inorgânicos, no qual sua obtenção é através polimerização de matérias-primas de origem geológica de aluminossilicatos (VASSALO, 2013). Davidovits (1994), propôs que um líquido alcalino poderia ser utilizado para reagir com o silício (Si) e o alumínio (Al) em uma fonte de material de origem geológica ou materiais de subproduto, tais como cinzas volantes, escória de alto forno, e cinza de casca de arroz para produzir ligantes, (MOURA, 2014).

Segundo Vitor Glukhovsky (1994), em seus estudos com amostras de construções antigas, o pesquisador desenvolveu um novo ligante por processos alcalinamente ativados. Logo assim o primeiro pesquisador a salientar, que a partir de transformações geológicas de determinadas rochas vulcânicas transformadas em zeólitas, ocorre a formação de rochas sedimentadas em baixa pressão, como o caulim, para a produção do geopolímero (KOMNITSAS et al. 2007 apud SANTA, 2012).

De acordo com as investigações obtidas por Glukhovsky (1994), que propôs uma nova geração de ligantes, chamando-os de “solo-cimento”, sendo sua formação semelhante à de muitos dos minerais e rochas que constituem a crosta terrestre, onde contém óxidos de metais alcalinos e alcalino-terrosos, como é o caso das zeólitas, das micas e dos feldspatos (KRIVENKO, 1994)

Para Granizo (1998), a quantidade de álcalis presentes nos “solo-cimentos” na forma de óxido de sódio (Na_2O) e óxido de potássio (K_2O) está na proporção de 3 a 20%, que definem as suas características de ligantes. As hipóteses de formação de ligantes do tipo “solo-cimento” podem ser concretizadas, nomeadamente a partir de:

- Compostos solúveis de metais alcalinos em conjunção com sistemas de aluminossilicatos, sem a presença de cálcio, como as cinzas vulcânicas, ou certas cinzas volantes, os metacaulins, as argilas calcinadas, e outros. Trata-se de sistemas de materiais alcalinos, ricos em SiO_2 e Al_2O_3, com composição da Equação 1:

$$Na_2O\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2\text{-}H_2O \quad (1)$$

- Compostos ricos em cálcio: cal, cimento Portland, cimentos aluminosos, escórias de alto-forno etc., envolvendo materiais alcalino-terrosos com um significativo teor em cálcio, com composição química do tipo da equação 2:

$$Na_2O\text{-}CaO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2\text{-}H_2O \quad (2)$$

Os dois sistemas, são submetidos à ativação alcalina com hidróxido de sódio ou de potássio, sendo esta a reação que provoca alterações fundamentais na estrutura dos materiais componentes. Essa reação é comparada com as das zeólitas naturais (GRANIZO, 1998).

Davidovits (2002), no ano de 1970, construiu uma Idea de formular materiais resistentes ao fogo, por haver vários incêndios catastróficos na França, que envolvia plástico orgânico comum, iniciando assim as suas pesquisas sobre materiais inorgânicos. Estudando fragmentos de Pirâmides do Egito, que foram datadas de 7000 a.C., apresentando pouco desgaste e alterações químicas, mesmo sendo expostos a ambientes físicos e agressivos por longos períodos. Suas pesquisas identificaram concretos elaborados a partir de calcários cauliníticos com hidróxido de sódio. Ao passarem por análises químicas e mineralógicas, o pesquisador constatou que, nas microestruturas destes materiais analisados, existia material amorfo composto de aluminossilicatos (DAVIDOVITS, 2002).

No ano de 1978, um novo material foi formulado e composto de fonte de SiO_2 e Al_2O_3 amorfos e misturados a uma solução alcalina ativadora. Denominado “geopolímero”, “geo” para representar a semelhança com materiais geológicos e “polímero” alicerçado na química dos sílico-aluminato, surgiram assim, os polissialatos, abreviatura de silício-oxo-aluminato (Si-O-Al) (RIESSEN,2013; SANTA, 2012). De acordo com Pereira (2017), as diferentes formas de síntese dos geopolímeros são baseadas nas composições molares entre os compostos reagentes, que influenciam diretamente nas propriedades do produto obtido. As principais matérias-primas utilizadas são o metacaulim, como fonte de silício e alumínio e as escórias como fonte de cálcio, além de uma fonte de álcalis (KOH) ou (NaOH).

2.2 ESTRUTURA DOS GEOPOLIMEROS E A GEOPOLIMERIZAÇÃO

Para a designação química de geopolímeros baseados em sílico-aluminatos, o pesquisador Davidovits (1991) chamou-os de poli (Sialato). A rede Sialato consiste em tetraedros SiO_4 e AlO_4 ligados alternadamente, compartilhando todos os oxigênios, de acordo com a Figura 2. Os Íons alcalinos (Na^+, K^+, Li^+, Ca^{++}, Ba^{++}, $NH4^+$, H_3O^+) atuam como agentes formadores da estrutura, compensado o excesso de cargas negativas decorrentes da alteração da coordenação do alumínio com o oxigênio, e são os componentes que determinam tais propriedades. Os Poli(sialatos) tem a fórmula empírica na Equação 3 (DAVIDOVITS,1994):

$$Mn\ [(SiO_2)_z.\ AlO_2]_n,\ wH_2O \qquad (3)$$

onde,

M – é um cátion (Na+, K+, ou Ca^{2+})

n – é o grau de polimerização

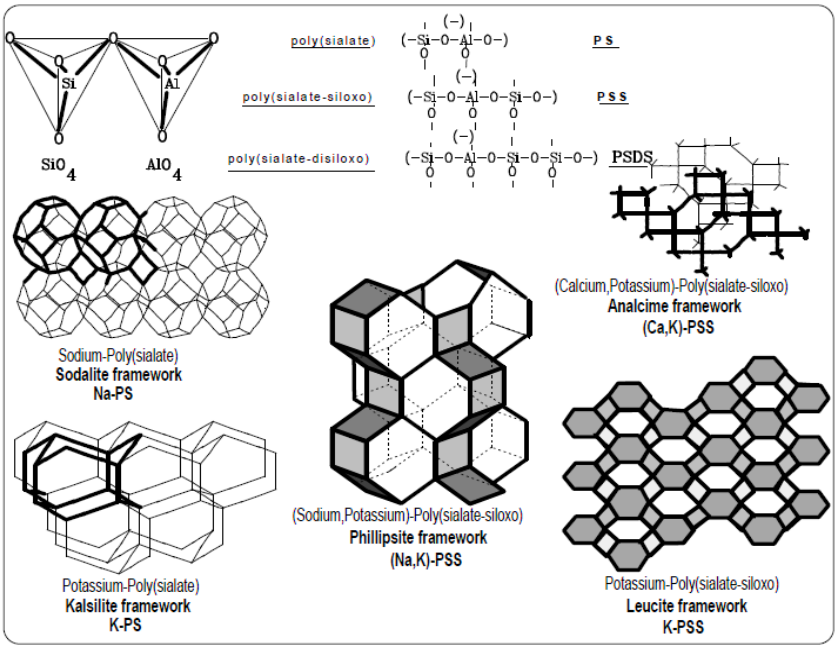
z - é igual a 1, 2 ou 3

w – é o grau de hidratação

Os polissialatos são classificados segundo a razão atômica entre silício (Si) e alumínio (Al) em três grupos: polissialato, polissialatossiloxo e polissialatodissiloxo no qual podem ser chamados de geopolimeros (LIVI, 2013). O material de grande cadeia molecular constituída de Si, Al e O, apresenta estrutura entre amorfa à semicristalina.

Poli (sialatos) são polímeros de cadeia com Si^{4+} e Al^{3+} em coordenação IV com oxigênio e variam de amorfo a semicristalino descritos por DAVIDOVITS (1991). Algumas estruturas relacionadas são exibidas na Figura 1.

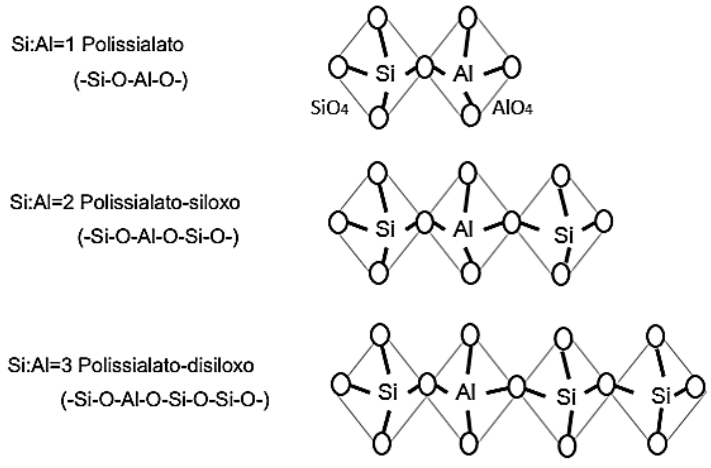
Figura 1 - Gráficos moleculares de computador de polímero, Poli (Sialato) de Mn - (- Si-O-Al-O)n e poli (Sialato-siloxo) de Mn - (- Si-O-Al-O-Si-O-n), e estruturas relacionadas.



FONTE: Davidovits (1991).

A reação de geosíntese baseia-se na organização e arranjo tridimensional em que os átomos de silício (Si) alternam com os de alumínio em coordenação tetraédrica, compartilhando os oxigênios (VASSALO,2013). De acordo com Moura (2014), afirma que dependendo da razão Si/Al os arranjos são formados e a Figura 2 expressa esquematicamente os diversos polissialatos, onde os arranjos tridimensionais se dão de acordo com a razão Si/Al, sendo classificado em três tipos, Poli(sialate) com razão Si/Al=1, Poli(sialate-siloxo) com razão Si/Al=2 e Poli(sialate-disiloxo) com razão Si/Al=3, (MELO, 2016).

Figura 2: Representação esquemática dos polissialatos.



Fonte: Moura, (2014).

O efeito das proporções de Si/Al nos geopolímeros produzidos por ativação do metacaulim na qual a razão ideal ente eles é de 1,5 a 2, observando que valores superiores a este diminuíram suas propriedades mecânicas (VASSALO, 2013).

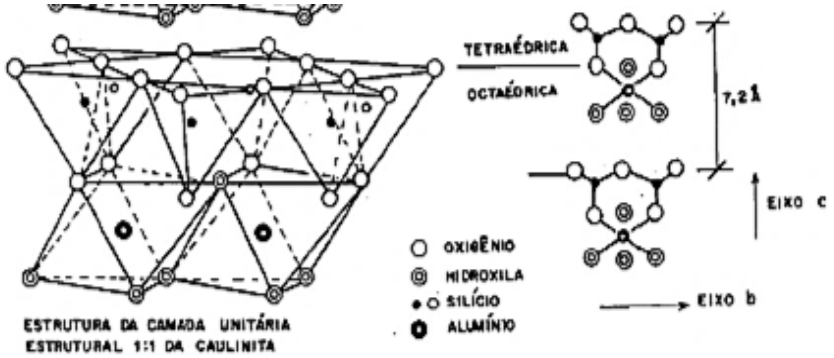
2.3 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS PARA O GEOPOLÍMERO

2.3.1 Metacaulim (MKL)

Teoricamente qualquer material inorgânico que contenha alumínio e silício em sua composição e que tenha passado por um tratamento térmico, da mesma forma que o caulim, tem certa capacidade de ser fonte de aluminossilicatos no processo de geopolimerização (MELO, 2016). A matéria-prima para a produção do metacaulim é o caulim, que é uma argila formada pela alteração de uma variedade de rochas amorfas e cristalinas, sendo que a caulinita é o principal argilomineral constituinte do caulim (BIGNO, 2008).

A caulinita sendo um filossilicato, é formada por uma combinação de folhas tetraédricas de sílica e folhas octaédricas de gibbsita (íon coordenado alumínio), sendo esta combinação é de tal modo que os vértices livres de cada tetraedro apontam todos na mesma direção para as folhas octaédricas, situando-se nos planos dos octaedros, com O e OH dessa folha, quando passada por tratamento térmico(calcinação), esta se encontra Amorfa (+ reativa) de acordo com Santos (1975). A Figura 3, apresenta o modelo das camadas estruturais da caulinita.

Figura 3 - Estrutura da caulinita dos eixos b e c, mostrando a unidade estrutural de uma folha tetraédrica e uma octaédrica



Fonte: Santos (1975).

Em média, num cristal de caulinita existem 40 a 50 camadas estruturais, na análise de difração de raios-X o espaçamento entre as camadas é da ordem de 7A (distância basal), (PINTO, 2006).

Metacaulim, provem do termo “meta”, que significa mudança e “caulim”, originado do termo chinês “Kauling”, ou “colina alta” referenciado a uma colina de Jauchau Fu, onde o material obtido é formado pela caulinita, apresentando cor branca ou quase branca devido ao baixo teor de ferro, (VASSALO, 2013).

O caulim possui colorações que variam do branco, branco-acinzentado ou ligeiramente colorido. O principal constituinte, a caulinita, é um silicato de alumínio hidratado da composição aproximada $2H_2O$-Al_2O_3-$2SiO_2$ (AZIMI, et al., 2016).

Para se produzir metacaulim é através de tratamento térmico do caulim, no qual a temperatura varia entre 500 e 850ºC. O metacaulim é um material amorfo, que apresenta pouca ou nenhuma organização cristalina. Tal processo remove os grupos estruturais de hidroxila e cria uma instabilidade química, pela mudança do número de coordenação do alumínio de seis para quatro (MELO, 2016). Em temperaturas mais elevadas por exemplo entre 1000 e 1050ºC ocorrem transformações de fase, de metacaulim, mas uma combinação de mulita, cristobalita e sílica - alumina (BIGNO, 2008). De acordo com Silva (2000), tais transformações de fase são no então indesejáveis para sintetizar o geopolímero. Para Melo (2016), isto acarreta um rearranjo dos átomos numa configuração de mais baixa energia, onde há cristalização do material, resultando assim numa baixa reatividade.

O processo de desidroxilação do caulim para metacaulim pode ser descrito pela reação da Equação 4.

$$\underbrace{Al_2Si_2O_5(OH)_4}_{\text{caulinita}} \xrightarrow{\Delta} \underbrace{Al_2O_3.2SiO_2}_{\text{metacaulinita}} + \underbrace{2H_2O}_{\text{agua}} \qquad (4)$$

Nos estudos de Davidovits (1988), este utilizou as temperaturas entre 750 e 800ºC em um período de 6 horas. Para Cascaes (2016), as temperaturas ideais de calcinação do caulim está entre 500 a 800 ºC, dependo expressamente da pureza, composição química e mineralógica e cristalinidade do caulim. Quebrando-se assim a

estrutura semicristalina da caulinita, ficando amorfa ou mais reativa para a reação de ativação alcalina.

2.3.2 Ativadores

A solução alcalina é a parte considerada importante na preparação do geopolímero. Os ativadores alcalinos como hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de potássio (KOH), silicato de sódio (Na_2SiO_3) e silicato de potássio (K_2SiO_3), são usados para ativar materiais de aluminossilicatos. O geopolímero é sintetizado pela mistura de material reativo a aluminossilicato com soluções alcalinas fortes. Sendo assim a solução alcalina importante para a dissolução de átomos de Si e Al, formando precursores dos geopolimeros (AZIMI, et al., 2016).

> Palomo et al., (1999) definem a ativação alcalina como um processo químico que transforma estruturas vítreas (amorfas, parcialmente amorfas) em um material cimentício compacto. As partículas do material, fonte de aluminossilicatos dissolvem-se ao entrarem em contato com a solução ativadora, ocorrendo assim a quebra das ligações originais da matéria-prima (CESARI, 2015).

O ativador alcalino é preparado misturando: água, hidróxido de sódio ou potássio e silicato de sódio, mais podem ser utilizados outros sistemas de metais alcalinos ou misturas de álcalis diferentes. Esta solução precisa ser concentrada para evitar que o produto seja um zeolito cristalino em vez de um geopolímero, (AZIMI, et al., 2016).

Joshi e Kadu (2012) prepararam o ativador alcalino usando silicato de sódio(SS) e hidróxido de sódio(NaOH) comercialmente disponíveis que continham Na_2O= 14,61%, SiO_2 = 25,18% e água = 59,99%, esta solução alcalina tinha como concentração molar de NaOH 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 mas baixas comparando-as com os geopolimeros formulados com Silicato de potássio e Hidróxido de Potássio (KOH). No estudo de Gharzouni et al. (2015) durante a pesquisa descobriu que os geopolímeros fundamentados em uma mistura de silicato

de potássio e KOH mostram propriedades mecânicas mais altas comparadas àquelas baseadas em misturas de silicato de sódio e NaOH ou silicato de potássio / NaOH.

O mecanismo de reação que dá origem aos materiais ativados, trata-se de um processo químico complexo de dissolução alcalina e precipitação numa solução aquosa de um precursor, sendo responsável pelo endurecimento e propriedades dos álcali-ativados (SEVERO, 2013).

Pesquisadores como Palomo et. al., (1999), Fernandez (2005) e Malolepzszy (1989) acreditam que dois modelos de ativação alcalina podem ser pré-estabelecidos, o primeiro é o caso da ativação de escória de alto forno (Si + Ca) com uma solução alcalina suave, tendo CSH (silicato de cálcio hidratado) como o principal produto de reação (GLUKHOVSKY, 1980; FERNANDEZ, 2005 & ROY, 1999). No segundo modelo de ativação alcalina (Si + Al), o exemplo geral é a ativação alcalina do metacaulim em que, o produto é caracterizado por um modelo polimérico de elevada resistência mecânica dando origem a um polímero amorfo (SEVERO, 2013).

O processo inicial da reação de ativação alcalina é descrito pela dissolução de partículas sólidas de aluminossilicatos em solução alcalina. Tomando em observação um balanço de carga e massa, foi demonstrado que a dissolução e hidrólise de aluminossilicatos, após condições alcalinas podem ser esquematizadas segundo as reações abaixo descritas (RAHIER et. al., 2007):

$$Al_2O_3 + 3H_2O + 2OH^- \rightarrow 2\,[Al\,(OH)_4]^- \quad (4)$$

$$SiO_2 + H_2O + OH^- \rightarrow [SiO\,(OH)_3]^- \quad (5)$$

$$SiO_2 + 2OH^- \rightarrow [SiO_2(OH)_2]^{2-} \quad (6)$$

Tais reações indicam que moléculas de água e íons de OH são consumidos em dissolução contínua (SEVERO, 2013). De acordo com as reações (4) – (6), a alcalinidade (concentração de $[OH]^-$) tem uma importante influência sobre a taxa de dissolução da sílica (SiO_2) e da alumina (Al_2O_3), porém a temperatura e a reatividade da matéria-prima em si também são fatores determinantes de acordo com Sagoe-Crentsil (2007) e Van Jaarsveld et.al. (1999).

Altan & Erdogan (2012) investigaram o desenvolvimento da resistência de argamassas de escória álcali ativadas, com hidróxido de Na^+ e K^+ e silicato de sódio,

em temperaturas elevadas e a temperaturas ambiente, verificaram que a cura à temperatura ambiente, ambos os ativadores são indispensáveis para a uma elevada resistência. A concentração da solução de NaOH influência diretamente na velocidade de ganho de resistência e na resistência final das misturas curadas à temperatura ambiente, uma vez que afeta a taxa e a quantidade de dissolução da escória. Para cura a 80ºC, no entanto, o silicato de sódio é essencial e até mesmo suficiente, pois a solução de NaOH não é necessária para ganho de resistência, uma vez que a dissolução da escória é suficientemente elevada a esta temperatura. O KOH mostrou-se mais eficaz do que o NaOH a 80ºC, mas, no entanto, a mesma afirmação não pode ser feita para temperatura ambiente de acordo com Altan et. al. (2012).

A escolha do ativador deve basear-se nas características dos iniciadores de origem. O tamanho do cátion afeta a morfologia da cinética da reação e formação do geopolímero. O Na^+ apresentando um tamanho menor que o de K^+ exibe formação de pares com menores oligômeros de silicato (tais como monômeros). Observando-se que quanto maior o tamanho do cátion, por exemplo, K+, mais favorecida é a formação de maiores oligômeros de silicato na qual o $Al(OH)_4$ prefere se ligar. Sucessivamente, precursores ativados com KOH apresentam maior resistência à compressão em comparação com geopolímeros sintetizados a partir de soluções de NaOH, o K^+ é responsável por maior grau de condensação quando comparado com o Na^+, nas mesmas condições (PHAIR,2002).

Amostras contendo K^+ exibem maior resistência à compressão e área de superfície específica e menor grau de cristalinidade. O fato de K^+ ter uma menor esfera de hidratação do que o Na^+ permite-se reações de policondensação mais densas, que aumentam a resistência mecânica final da matriz (PHAIR,2001). A adição de KOH tende a aumentar o grau de policondensação em soluções de silicato de metal alcalino, enquanto a adição de NaOH pode aumentar a quantidade de monômeros de silicato. O fato do Na+ e K+ afetar o grau de policondensação de diferentes maneiras é refletido pelo fato de que tanto as reações de dissolução e ionização ocorrem em taxas diferentes (PHAIR,2002).

2.3.3 Geopolímeros com resíduos agrícolas

O principal tema dos pesquisadores atualmente é reutilizar materiais orgânicos descartados após um processo, para aplicação em novos materiais, beneficiando tais resíduos gerados por processos agrícolas. Tanto no bagaço de cana de açúcar quanto a casca de arroz quando carbonizados de maneira adequada, transformam-se em um material nobre a base de Silício (Si).

- Cinza de casca de arroz: segundo HAN (2012) a CCA é um resíduo rico em sílica, de composição de 90-95% de SiO_2 amorfa. A sílica é o segundo elemento mais abundante, ocorrendo em estado livre, hidratada ou combinada, e normalmente estas vêm combinadas com óxidos, sendo estes chamados de silicatos (APOLONIO, 2017). De acordo com Rao et. al. (2011) a casca de arroz quando queimadas nas caldeiras gera cerca de 25% de cinzas, aproximadamente 38,5 milhões de Ton/ano são geradas no mundo, no Brasil são aproximadamente 649 mil toneladas.

  A temperatura ideal de queima para que se tenha reatividade pozolânica deve-se estar na faixa de 500 a 700ºC, sendo esta temperatura controlada (METHA, 1992). A adição de cinza de casca de arroz em concreto diminui a segregação e está diretamente ligada com o aumento de resistência mecânica do concreto com menores idades, agindo como catalizador de resistência (CASCAES, 2016).
- Cinzas do bagaço de cana-de-açúcar: De acordo com Castaldelli (2013) sua principal destinação é a fabricação de açúcar e álcool, mas seus diversos subprodutos (bagaço, méis, torta de filtro e vinhaça) podem ser aproveitados. Após a extração do caldo, este gera um resíduo solido, o bagaço, este resíduo pode ser transformado em um bagaço hidrolisado para alimentação animal ou ser queimado na caldeira para produção energética, a partir dessa queima se gera a cinza, este material tem sua composição química predominantemente de dióxido de silício (SiO_2) e alumina (FARÍAS, 2018), exercendo diversas atividades pozolânica que influenciam nas propriedades químicas e mecânicas das pastas, argamassas e concretos (CASTALDELLI, 2013). Esta atividade

pozolânica está ligada a função do tamanho das partículas deste material, com a grande quantidade de material é amorfo (aluminossilicatos), contém também hidróxido de cálcio e teor de umidade adequado, podendo estes se aplicados no concreto como preenchimento de vazios na estrutura. Para o pesquisador Farias (2018), concluiu que a cinza não consumida durante a reação pode servir como um enchimento, ocupando os espaços vazios presentes no material composto.

2.3.4 Resíduos industriais

No estudo os autores (DAVIDOVITS, 1999; SILVA,2006; SILVA 2011), tais defendem a influência do cálcio na estrutura do geopolímero lhe fornecendo o aumento de resistência à compressão correspondente a uma estrutura compacta, com menor porosidade, nesse caso se for praticada às baixas temperaturas (SANTA, 2012). Umas das perspectivas dos geopolimeros, é a utilização de resíduos da indústria. Atualmente, a norma Brasileira para cimento Portland já prevê a adição de alguns resíduos, sendo o CPII-E (adição de escória de 6-34%) e CPII-Z (adição de material pozolânico a 14%) (HARTMANN,2016). Os resíduos industriais mais utilizados são: as escorias, cinzas volantes e cinzas provenientes da queima de biomassa (SHI, 2011). Tendo propósito de diminuir o tempo de pega do cimento geopolimérico fresco e facilitar a cura à temperatura ambiente, adicionando-se material que conte uma fonte de cálcio à mistura, este elemento fornece o endurecimento e aumento da resistência mecânica no geopolímero em poucas horas (DAVIDOVITS, 2013).

- Escoria de aciaria (EA)

Pedrosa (2010), descreve que no processo de fabricação do aço mistura-se ferro gusa líquido, sucatas ferrosas, escorificantes (cal e fluidificantes) e oxigênio em uma cuba. O processo de fundição se desenvolve através das fases de carregamento do conversor ou do forno elétrico a arco, sopragem ou inserção dos eletrodos, observação do banho (temperatura e composição química), ressopragem e formação do aço líquido e da escória. O processo final, o lingotamento contínuo onde o aço

líquido é transformado em barras, fio-máquina, tarugo, placas e entre outros. Ao final da fundição, sobre o aço líquido sobrenada um material denominado escória (PEDROSA, 2010 & BARBOSA,2013).

A indústria siderúrgica gera para cada tonelada de aço produzido, aproximadamente, 700 quilos de emissões, efluentes e resíduos. A escória de aciaria é um coproduto da indústria siderúrgica, com geração na faixa de 100 a 150 kg por tonelada de aço produzido, conforme as matérias-primas utilizadas e do processo de fabricação de aço empregado, mediante a utilização de fornos elétricos em “mini mil” ou conversores a oxigênio (LD) em siderúrgicas integradas (ABM, 2008 & NASCIMENTO, 2003)

As propriedades físicas das escórias de aciaria – densidade, granulometria e propriedades estruturais – variam com a maneira como é feito o resfriamento do resíduo. Podendo ocorrer grande variação na composição das escórias, mesmo sendo produzidas em uma mesma indústria, sendo este um resíduo que contém Cálcio que favorece a compactação da estrutura e no ganho de resistência do geopolímero (ROHDE, 2002).

- Escoria de Alto forno (EAF)

A fabricação de ferro gusa se realiza em unidades industriais chamadas Altos Fornos, nas quais se reduzem os óxidos contidos nos minerais de ferro e se separam as impurezas que os acompanham. As escórias se formam pela fusão das impurezas do minério de ferro, juntamente com a adição de fundentes (calcário e dolomita) e as cinzas do coque. A escória fundida é uma massa que, por sua insolubilidade e menor densidade, sobrenada no ferro gusa e é conduzida por canais, até o lugar de resfriamento de acordo com a empresa Arcellor Mittal (2019).

Há dois tipos de resfriamento das escórias, podendo ser rápido ou lento. No processo lento há formação de fases cristalinas na escória, perdendo assim propriedades significantes para aplicações em cimento. Quando há resfriamento brusco, com água fria logo na saída do alto forno, não havendo tempo suficiente para a formação de fase cristalina, se obtém um produto totalmente amorfo e reativo, e posteriormente são moídos para aumentar a reatividade (MASUELA, 2016).

A escória utilizada em cimentos traz benefícios socioeconômicos e ecológicos, no caso do cimento Portland com a escória de alto forno obtém-se maior impermeabilidade e durabilidade em comparação ao cimento Portland comum, por possuir em sua matriz menos espaços capilares, contendo principalmente silicatos e sílico-aluminatos de cálcio amorfos, é obtida pela combinação da canga (impurezas) dos minérios dos metais com fundentes apropriados e cinzas do carvão (MEHTA & MONTEIRO, 2008).

2.4 APLICAÇÃO DOS GEOPOLÍMEROS

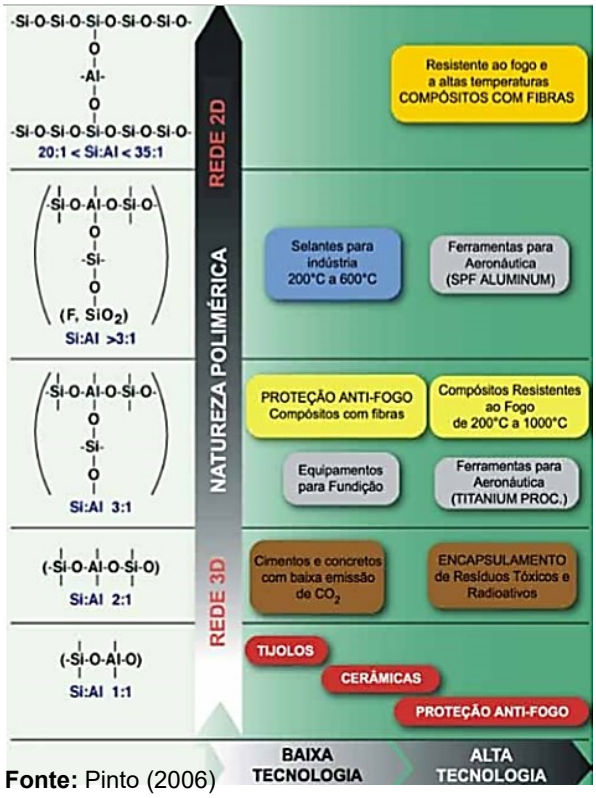
Os geopolímeros tem grande potencial de aplicação em diversos setores, por apresentar alta resistência mecânica, resistência a baixas temperaturas e ao degelo e tem excelente desempenho na presença de fogo. Davidovits (2002) distingue que a variabilidade do geopolimeros está em materiais de construção e pavimentação, materiais resistentes ao fogo, materiais refratários e materiais de fundição, até materiais compósitos, sistemas de resinas de alta tecnologia, além de servirem de barreira de contenção para resíduos tóxicos e radioativos (CASCAES,2016).

De acordo com Candido (2018), o Concreto Geopolimérico é mais denso com a ausência de partículas frágeis de Portlandita e os agregados contribuem para o melhor desempenho do CCG, concluiu que o alto desempenho a fadiga de concreto a base de cimento geopolimérico é bem mais vantajoso em relação ao concreto Portland, sendo este aplicado para construções civis como pavimentos de tráfego pesado.

Os geopolímeros podem ser aplicados a altas temperaturas, de acordo com Porto (2018), onde os resultados dos desempenhos termomecânicos do geopolímero apresentaram-se excelentes em todas as altas temperaturas e tempos de exposição, não apresentando mudanças significativas na sua estrutura e nem aparecimento de qualquer partícula de Portlandita, mostraram que os geopolímeros permanecem íntegros e mantendo suas características estruturais.

Davidovits (1999) resume um quadro onde cita os tipos possíveis de aplicação do geopolímero, em função das razões Si/Al. Para relações Si/Al mais baixas, são obtidas estruturas tridimensionais, do tipo zeolitico, que lhe conferem resistências elevadas. Sendo por exemplo do campo dos ligantes, dos materiais de construção (PINTO,2006). À medida que a razão vai aumentando de Si/ Al (até 35), se obtém materiais de caráter polimérico, formando cadeias, mais longas. O alumínio aumentando, o material passa a funcionar como cross-link, ligando cadeias longas de Si-O-Si-O-, de acordo com a Figura 4.

Figura 4 - Estrutura Química e Aplicações dos Geopolímeros



Fonte: Pinto (2006)

Com a Figura 4, pode-se citar inúmeras aplicações do geopolimero com diferentes razões molares, as principais estão ligadas a serem utilizadas para o cimento e o concreto geopolimérico, a partir de uma reação pozolânica controlada, para obter um polímero totalmente inorgânico, de alta resistência mecânica sendo capaz de ser processado a temperatura ambiente (SILVA, 2011).

Estes com resultados de elevados níveis de resistência à compressão, tornaram potencialmente promissor como material aglomerante para argamassas e

concretos. Silva (2006a e 2006b) concluiu com seus estudos que a dosagem adequada dos constituintes do geopolímero tem-se melhores resultados, aplicando-os em concreto de cimento geopolimérico obteve excelentes desempenhos quando submetidos a ensaios de resistência à fadiga com variações de tensões, em comparação quando submetido a resistência as tensões constantes.

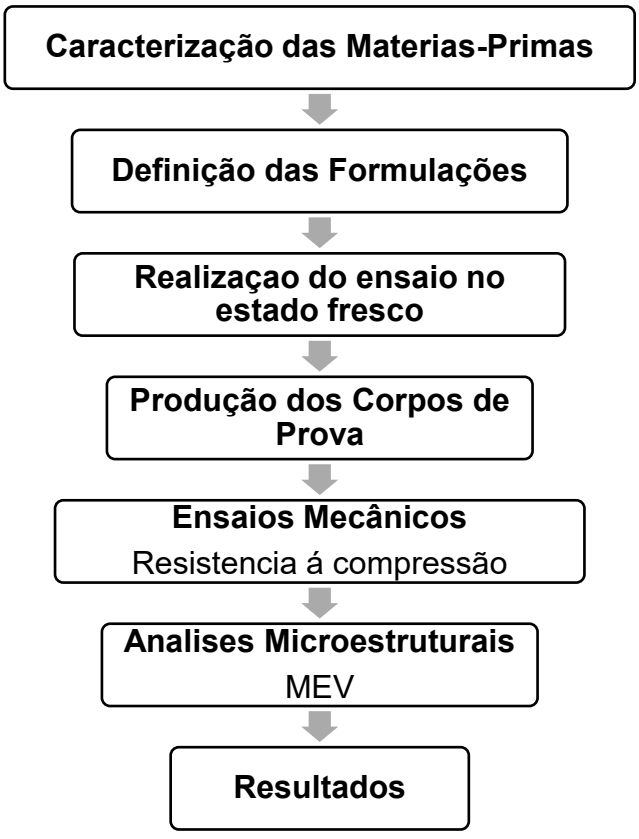
Um exemplo de construção com o geopolímero é a construção do aeroporto de Brisbane West Wellcamp (Austrália), é considerado um marco importante para a classe dos geopolímeros, pois ao todo foram consumidas 100 mil toneladas de concreto geopolimérico, sendo a maior obra nesse segmento, ressaltando que além da quantidade de concreto, toda a obra foi concretada em loco e em condições ambientes (HARTMANN,2016).

Para produção em larga escala na indústria da construção civil o geopolímero, há de se levantar importantes questões quanto a sua síntese e as matérias-primas utilizadas, a origem da fonte de aluminossilicato, a concentração e o tipo de ativador alcalino, a relação sólido/líquido da pasta que influencia na resistência mecânica e a reologia do geopolímero de acordo com Cascaes (2016). Fazendo assim levantamento destes fatores afins de tornar o manuseio e processo de produção mais acessível.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente capítulo serão apresentados os materiais utilizados para obtenção das pastas, argamassa e do concreto geopolimérico. Os procedimentos para caracterização, mistura e moldagem, assim como para a ruptura dos corpos-de-prova, foram realizados conforme as normativas para cada situação. As etapas e sequência de desenvolvimento do trabalho estão resumidas no Fluxograma 1. Os preparos das pastas, argamassas e do concreto geopolimérico foram realizados no laboratório de Práticas Tecnológicas da Faculdade de Engenharia de Materiais - UFPA (Campus de Ananindeua), e a caracterização das matérias-primas no Laboratório de Caracterização de Materiais do Instituto Federal do Pará – IFPA - Belém e os ensaios mecânicos foram realizados no Laboratórios de Solos do IFPA.

Fluxograma 1: etapas e sequência de desenvolvimento do trabalho



FONTE: Autora (2019).

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Metacaulim (MKL)

O material escolhido como fonte de alumínio e silício foi o metacaulim obtido através da calcinação do Caulim Comercial proveniente do interior do estado do Pará. O processo de calcinação do caulim promove a remoção dos grupos estruturais de hidroxila, criando assim uma instabilidade química pela mudança de coordenação de alumínio VI para IV. Foram realizadas análise mineralógicas por Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) através de Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), (figura 5a).

3.1.2 Escória de Alto Forno (EAF)

O resíduo escolhido para este trabalho foi a escória de alto forno básica (figura 5b), advindo da empresa Cimento Verde do Brasil, localizada no estado do Maranhão, servindo como fonte suplementar de cálcio. A escória apresenta em sua composição diversos óxidos de Ca, Mg, Si, Fe e Mn, cujas quantidades e concentrações são decorrentes da constituição química da matéria-prima (minério de ferro, sucata, carvão, calcário ou cal) utilizada no processo de fabricação do ferro (PRADO et al., 2001).

3.1.3 Solução alcalina

Como fonte adicional de SiO_2, foi utilizado silicato de sódio alcalino ($Na_2SiO_3nH_2O$) alcalino comercial. As características químicas e físicas estão apresentadas nas Tabelas 1 e 2, respectivamente, nos quais foram fornecidos pela empresa.

Tabela 1 - Características química do silicato de sódio (SS)

Óxidos	Porcentagem
SiO_2	33,15
Na_2O	14,81
H_2O	52,04

Fonte: Parquímica.

Tabela 2 - Características físicas do silicato.

Estado físico	Líquido
Aparência	Viscoso
Cor	Transparente
Solubilidade em água	Total
PH	12,51
Massa especifica	26 g/cm^3
Voláteis	0%

Fonte: Parquímica.

Para manter o pH alcalino (básico) necessário para a geopolimerização, utilizou-se hidróxido de potássio (KOH) comercial. As características físicas são apresentadas Tabela 3. A escolha foi baseada por apresentar melhor interação na formação de sílica reativa, na reação de KOH com SiO_2, que se obtém os silicatos (PORTO, 2018), a solução de KOH e silicato de sódio (SS) esta apresentada na Figura 5c.

Tabela 3 - Características físicas do KOH.

Estado físico	Sol. hidroscópico
Aparência	Lentilhas
Cor	Brancas
Massa especif.	2,04 g/cm^3
pH	14
Solubilidade em água	Total

Fonte: Merck.

3.1.4 Cimento geopolimérico (pasta)

Para a preparação do cimento geopolimérico foi utilizado metacaulim como fonte de alumínio e silício e como fonte de cálcio foi utilizado escoria de alto forno. A solução ativadora utilizada foi composta por Hidróxido de potássio e silicato de sódio

(alcalino). A consequência da mistura destes componentes é um produto de elevada resistência inicial, estabilidade química e dureza.

3.1.5 Cimento Portland

Para efeito comparativo com o concreto geopolimérico utilizou-se o cimento Portland de alta resistência inicial do tipo CP V-ARI-RS, da marca Holcim. Suas características foram fornecidas pelo próprio fabricante e apresentadas na Tabela 4, Tabela 5 e Tabela 6.

Tabela 4 - Características físicas do CPV-ARI.

Ensaio	Normas	Resultado	Limite de norma
Retido na #200(%)	**NBR11579(1991)**	0	≤ 6
Superfície específica (m^2/Kg)	**NBR NM76 (1998)**	476,6	≥ 300
Tempo de pega(min) - Início	**NBR NM65(2002)**	143	≥ 60
Tempo de pega(min) - Fim	**NBR NM65(2002)**	200	≤ 600
Resistência à compressão (MPa) – 1d	**NBR7215(1996)**	28,00	≥ 14
Resistência à compressão (MPa) – 3d	**NBR7215(1996)**	42,60	≥ 24
Resistência à compressão (MPa) – 7d	**NBR7215(1996)**	46,80	≥ 34

Fonte: Holcim.

Tabela 5 - Características químicas do CPV-ARI.

Ensaio	Resultado	Limite de norma
CO_2 (%) NBR NM20 (2004)	1,42	≤ 3
PF 1000°C NBR NM18 (2004)	3,26	≤ 4,5
Resíduo insolúvel (%) NBR NM15 (2004)	0,29	≤ 1,0
SO_3 NBR Nm16 (2004)	2,65	≤ 3,5

Fonte: Holcim.

Tabela 6 - Composição química do CPV-ARI.

Óxidos	Porcentagem em massa
SiO_2	19,19
Al_2O_3	4,80
MgO	0,69
CaO	64,94
K_2O	0,75
Fe_2O_3	2,91

Fonte: Holcim.

3.1.6 Agregado miúdo

Para a preparação do Concreto de Cimento Geopolimérico (CCG) e do Concreto de Cimento Portland (CCP), foi utilizado como agregado miúdo areia comercial (Figura 5d), passante na peneira de 4,8 mm, proveniente da região metropolitana de Belém, os quais foram lavados e secos em estufa a temperatura de 100 ± 5 ºC por 4horas da marca QUIMIS de capacidade 200ºC, estando de acordo com a norma NBR 7211(2005).

3.1.7 Agregado graúdo

Como agregado graúdo foi utilizado a brita de graduação zero (Figura 5e), proveniente da TABALMIX - PA, a brita foi lavada e seca em estufa à temperatura de 100 ± 5 ºC por 4 horas da marca QUIMIS de capacidade 200ºC.

A Figura 5, apresenta as matérias-primas, reagentes e agregados utilizados para a produção do Concreto de Cimento Geopolimérico.

Figura 5 - Matérias-primas utilizadas na produção do Concreto de Cimento Geopolímero: (a) Metacaulim, (b) escoria de alto forno (c) solução de KOH comercial em escamas e silicato de Sódio alcalino, (d) areia lavada, (e) brita zero.

Fonte: Autora, (2019).

3.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Na metodologia procurou-se avaliar o desempenho do concreto com adição de resíduo siderúrgico, escória de alto forno. Assim, foram desenvolvidos os seguintes estudos:

- Caracterização física e química dos materiais utilizados;
- Investigação da dosagem do Concreto Geopolimérico com escória de alto forno;
- Avaliação da trabalhabilidade do concreto fresco pelo ensaio de Slump Test (Abatimento do Tronco de Cone);
- Avaliação das propriedades mecânicas do concreto endurecido por meio do ensaio de resistência à compressão;
- Avaliação microestrutural do concreto pós ruptura.

3.2.1 Calcinação do caulim (Metacaulim)

A calcinação do caulim, foi realizada em um forno mufla da marca ZEZIMARQ, com capacidade de aquecimento de até 1200 ºC. A temperatura de calcinação foi 850ºC por 2h. A Figura 6 apresenta o cadinho em forno mufla e a retirada do cadinho incandescente após o tempo de 2 horas. Após o resfriamento este foi ajustado granulometricamente, passante na peneira de #200 mesh. O tempo e a temperatura empregados foram estabelecidos com base nos estudos preliminares de Porto (2018), antes da produção deste trabalho seguiu-se recomendações dos estudos de Silva (2011).

Figura 6 - Calcinação do caulim para metacaulim. (a) caulim em forno mufla; (b) cadinho após a retirada.

(a) **(b)**

Fonte: Autora (2018)

3.2.2 Escória de Alto Forno (EAF)

A secagem da escória de alto forno foi realizada em estufa (marca QUIMIS) por 24 horas à 100 ± 5º C, a mesma foi moída em um moinho de bolas de marca MATOLI – 070M016 (Figura 7), no Instituto Federal do Pará – IFPA. Seguiu-se os seguintes parâmetros de beneficiamento: 1,300 kg de EAF foi colocada no moinho por um tempo de 3 (três) horas, sendo este posteriormente passado em peneira de #200 mesh (abertura de 75) μm.

Figura 7 - Processo de moagem da EAF por 3 Horas.

Fonte: Autora, (2019).

3.2.3 Metodologia da obtenção da pasta e Argamassa Geopolímerica

Para a pasta foram estudados os percentuais de 0%, 35%, 45%, 55%, 60% e 65% em relação a quantidade de escória na massa seca. Estes percentuais foram

adotados mediantes aos estudos do grupo de pesquisa da UFPA, que utilizaram percentuais de Escória de Alto Forno entre 40% e 50%. Resolveu-se fazer uma investigação em cima desses percentuais, levando em consideração a utilização de um novo material, de uma nova Escória. As pastas foram confeccionadas com relação metacaulim/escória para os ensaios de compressão e as análises de microestrutura. Foram moldados cinco (5) CP's cilíndricos de (Ø2,5X5) cm para cada formulação, com o tempo de cura de 7 dias, para posterior ensaio de compressão.

Para o estudo de argamassa geopolimérica foi utilizado os métodos de Helene (1993) para Portland e de Silva (2011), para determinações dos percentuais de areia para a argamassa. Estes estudos utilizaram percentuais ideais com 60% de areia em argamassa de Portland e argamassa geopolimérica, baseado nesses estudos houve a necessidade da procura do percentual ideal de areia para a argamassa geopolimérica com os seguintes percentuais 21%, 59%, 69% e 81%.

Para a determinação de resistência a compressão da argamassa geopolimérica utilizou-se a NBR 7215(1996) como referência. Foram então moldados cinco (5) CP's em moldes metálicos de (Ø5X10) cm e tempo de cura de 7 dias em temperatura ambiente de acordo com Silva (2011).

3.2.4 Dosagem do Concreto de Cimento Geopolimérico (CCG)

As quantidades, em massa das fontes sólidas, ou seja, metacaulim, escória de alto forno, brita e areia, foram pesadas em uma balança da marca BALMARK e modelo ELP-6/15/30 e utilizando betoneira de marca Menegotti de capacidade de 150 litros para mistura das matérias-primas que foram utilizadas no desenvolvimento do concreto geopolimérico, o procedimento de mistura está apresentada na Figura 8. A dosagem foi baseada no método descrito por Helene e Terzian (1993), adaptado para o CCG, baseada nos estudos desenvolvidos por Thomaz (2000) e Silva (2011). A sequência de colocação dos materiais para a mistura do Concreto de Cimento Geopolimérico (CCG), seguiu a ordem desenvolvida nos referidos estudos. A Figura 8 apresenta a produção do CCG.

Figura 8 - Procedimento de mistura do CCG: (a) mistura do agregado graúdo e a solução, (b) mistura do agregado miúdo e (c) mistura do MKL e EAF.

(a) **(b)** **(c)**

Fonte: Autora (2019).

3.2.5 Dosagem do concreto de cimento Portland (CCP)

Na produção do Concreto de Cimento Portland (CCP) foi utilizada a mesma relação água/cimento (a/c) usada na produção do CCG. Através de um correto proporcionamento entre agregados, foi possível alcançar a trabalhabilidade e consistência desejadas. Inicialmente, a betoneira teve sua cuba e pás umedecidas, sendo adicionado todo o agregado graúdo e parte da água de amassamento (± 1/2 de água), com o acionamento da betoneira por 2 minuto. Seguida pela adição do cimento e mistura por mais 2 minutos. Por final foram adicionados o agregado miúdo e o restante da água, sendo a betoneira acionada por mais 3 minutos, de acordo com os métodos descritos por Helene e Terzian (1993).

3.2.6 Ensaio de Abatimento de tronco de cone

Para a determinação de consistência do concreto fresco utilizou-se o método de abatimento de tronco de cone. Possuindo descrição na NBR NM 67 (1998). Inicialmente, umidificou-se o molde cônico de metal e a placa de base, durante o preenchimento do molde o operador pressionou com os pés as aletas do molde contra o chão, a fim de fixá-lo. O preenchimento do molde basicamente consiste no preenchimento do tronco de cone em três camadas de igual altura, sendo em cada camada e dado 25 golpes com uma haste padrão. O valor do abatimento é a medida

do adensamento do concreto logo após a retirada do molde cônico, conforme a Figura 9, sendo este realizado no laboratório de Práticas Tecnológicas – UFPA.

Figura 9 - Procedimento de abatimento de tronco de cone.

Fonte: Autora (2019).

3.2.7 Confecção dos corpos de prova cilíndricos

Foram moldados 4(quatro) corpos-de-prova (CP's) cilíndricos de (Ø10X20) cm, para a determinação da resistência à compressão na idade de 7, tanto para CCP quanto para o CCG. A moldagem foi feita segundo a Norma 5738 (2003), conforme é apresentada na Figura 10a. Após a moldagem dos corpos-de-prova, estes foram mantidos nos moldes por um período de 24 horas e cobertos por filme de polietileno para evitar a evaporação excessiva da agua de mistura, conforme é apresentada na Figura 10b. Todos os corpos-de-prova foram desmoldados e permaneceram em cura à temperatura ambiente até a idade de ruptura, Figura 10c.

Figura 10 - Confecção dos corpos de prova (Ø10X20) cm: (a) CP's moldados de CCP, (b) CP's de CCG com cobertura com plástico e (c) desmoldagem dos CP's após 24 Horas.

(a) **(b)** **(c)**

Fonte: Autora (2019).

3.2.8 Resistencia a compressão axial

Os ensaios de resistência à compressão axial, foram realizados conforme NBR 5739 (2007), no Laboratório de solos do IFPA. Foi utilizada a prensa hidráulica da marca EMIC, com capacidade para 200 toneladas, como mostra a Figura 11.

Figura 11 - Prensa hidráulica EMIC, de capacidade 200 toneladas - IFPA.

Fonte: Autora (2019).

3.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras para a análise em MEV foram extraídas das superfícies de fratura dos corpos-de-prova após o rompimento dos mesmos nos ensaios mecânicos.

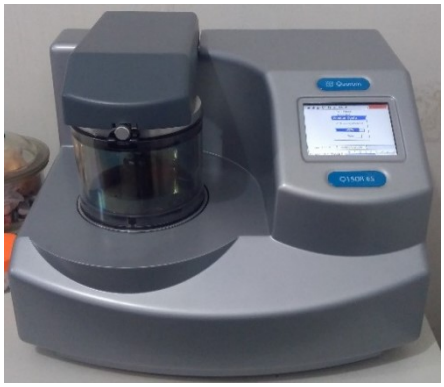
A análise das superfícies de fratura dos concretos em estudo foi realizada no Laboratório de Caracterização do IFPA, utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura da marca TESCAN, equipado com EDS da marca OXFORD INSTRUMENTS X-MAN^{N}, de acordo com a Figura 12.

Figura 12 - Microscópio eletrônico de varredura da IFPA.

Fonte: Autora (2019).

Por serem não condutoras, houve a necessidade de deposição de ouro sobre todas as amostras para evitar o carregamento eletrostático. A máquina utilizada para a deposição de ouro foi da marca QUORUM – Q150 ES, de acordo com a Figura 13.

Figura 13 - Máquina de deposição de ouro.



Fonte: Autora (2019)

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

4.1.1 Metacaulim

Por análise de espectroscopia por dispersão de energia, EDS (Energy Dispersive Spectroscopy), foi determinada a composição química do Metacaulim, cujos resultados estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Caracterização química do Metacaulim por EDS.

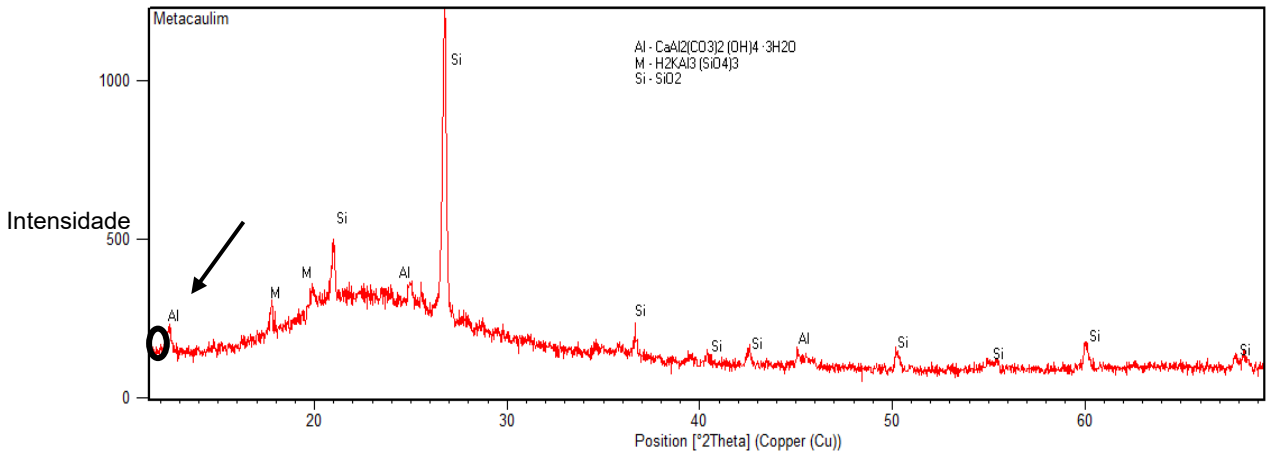
Óxidos	**Percentual em massa (%)**
SiO_2	54,87
Al_2O_3	39,38
Fe_2O_3	3,04
CaO + MgO	0,59
K_2O	2,12
Densidade (g/cm^3)	2,56

Fonte: Autora (2019)

De acordo com a Tabela 7, observa-se que o metacaulim mostra uma típica composição de caulins regionais, com elevados teores de SiO_2 e Al_2O_3, respectivamente, 54,87% e 39,38%. Estando de acordo com os estudos de Moura (2014) e Melo (2016), que concluíram que o aquecimento não altera a composição dos óxidos e sim a formação das fases amorfas a partir das fases cristalinas de aluminossilicatos

A Figura 14 apresenta a análise mineralógica por difratograma de raios-X do metacaulim.

Figura 14 - Difração de Raios-X do Metacaulim.



Fonte: Autora (2019)

De acordo com a Figura 14, é possível concluir que o não aparecimento de picos intensos a 2θ≈12,5° apontado na figura 14, indica que nesta temperatura, ocorreu uma desorganização na estrutura da caulinita, o qual se observa um material com estrutura predominantemente amorfa. Os picos de cristalinidade observados estão ligados à presença de Quartzo (Si), Alumohidrocalcita (Al) e Mica (M). O quartzo presente está ligado com Silício, a alumohidrocalcita está ligada com a presença de alumínio e cálcio e a mica pelo teor de potássio e alumínio presentes na amostra. A difração de raios-X da amostra de metacaulim confirmou a presença dos óxidos identificados pela análise química por EDS. Esses resultados também foram encontrados por Vassalo (2013).

4.1.2 Escória de Alto Forno (EAF)

A análise química da escória de Alto Forno (EAF), foi fornecida pelo fabricante os percentuais dos elementos encontrados estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 - Composição química da Escoria de Alto Forno.

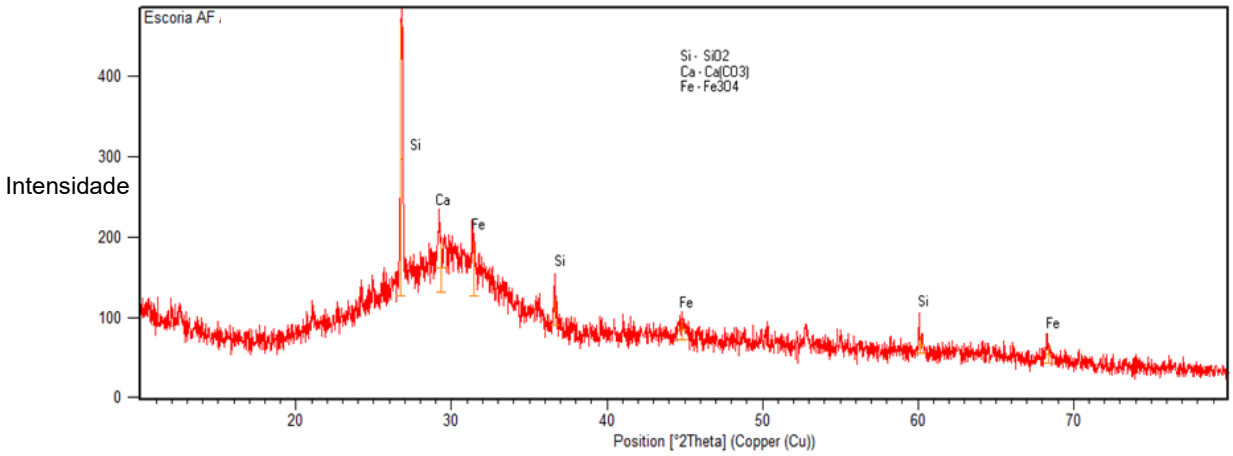
Óxidos	Percentuais em massa (%)
SiO_2	44,86
Al_2O_3	14,86
Fe_2O_3	6,99
CaO	29,24
MgO	2,9
Umidade	3,4
Basicidade	1,05
Densidade (g/cm^3)	3,05

Fonte: Cimentos verdes do Brasil (2018)

De acordo com a Tabela 8 é possível observar a presença de maiores teores de SiO_2 com 44,86%, Al_2O_3 com 14,86% e CaO com 29,24%. Estes óxidos representam 88,96% do volume total da escória de alto forno neste estudo. Estando de acordo com os resultados encontrados no estudo de Langaro (2017).

A Figura 15 apresenta as fases mineralógicas da Escória de Alto Forno, obtidas através da análise de DRX. Os resultados mostram que a EAF é predominantemente amorfa, por ser um resíduo proveniente da produção do ferro gusa e um material não metálico que foi resfriado rapidamente, não havendo tempo suficiente para formação de cristais (SILVA, 2006). A escória apresenta picos cristalinos de Quartzo (Q), Calcita (C) e Magnetita (Fe).

Figura 15 - Difração de Raios-X de Escoria de Alto Forno.



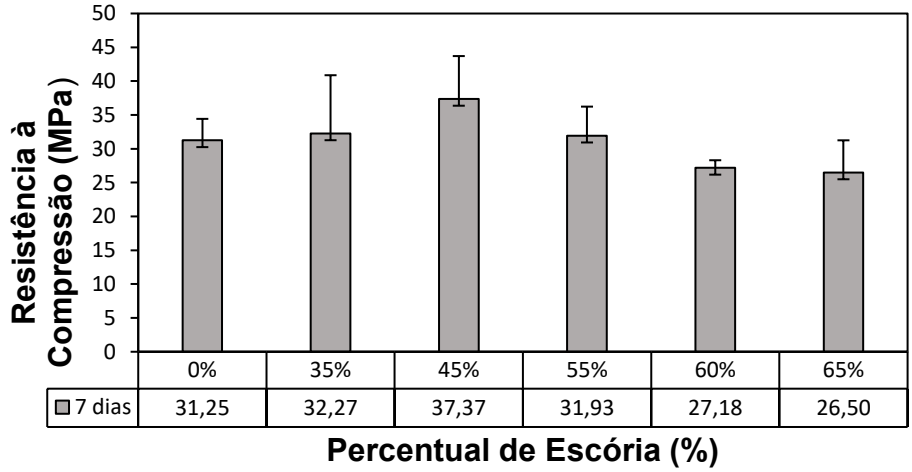
Fonte: Autora (2019)

A calcita encontrada no DR-X da Figura 15, está relacionada com o calcário presente na produção do ferro gusa, a presença do cálcio nas escórias de alto forno provém do carbonato de cálcio usado como fundente para baixar o ponto de fusão do minério de ferro (PINTO, 2006). A coloração mais escura pode estar relacionada a presença de magnetita na EAF.

4.1.3 Estudos preliminares da pasta Geopoliméricas

O estudo preliminar da dosagem para o concreto de cimento geopolimérico (CCG), foi feito através do estudo preliminares de pasta e argamassa variando o percentual de material seco da massa total, isto é, variando-se as quantidades de metacaulim e escória. No gráfico 1, são apresentados os resultados de resistência à compressão dos corpos de provas (CP's) de pasta geopolimérica, com idade de cura de 7 dias.

Gráfico 1 - Ensaio de Resistência a compressão das pastas geopoliméricas com as variações em percentuais de EAF



Fonte: Autora(2019)

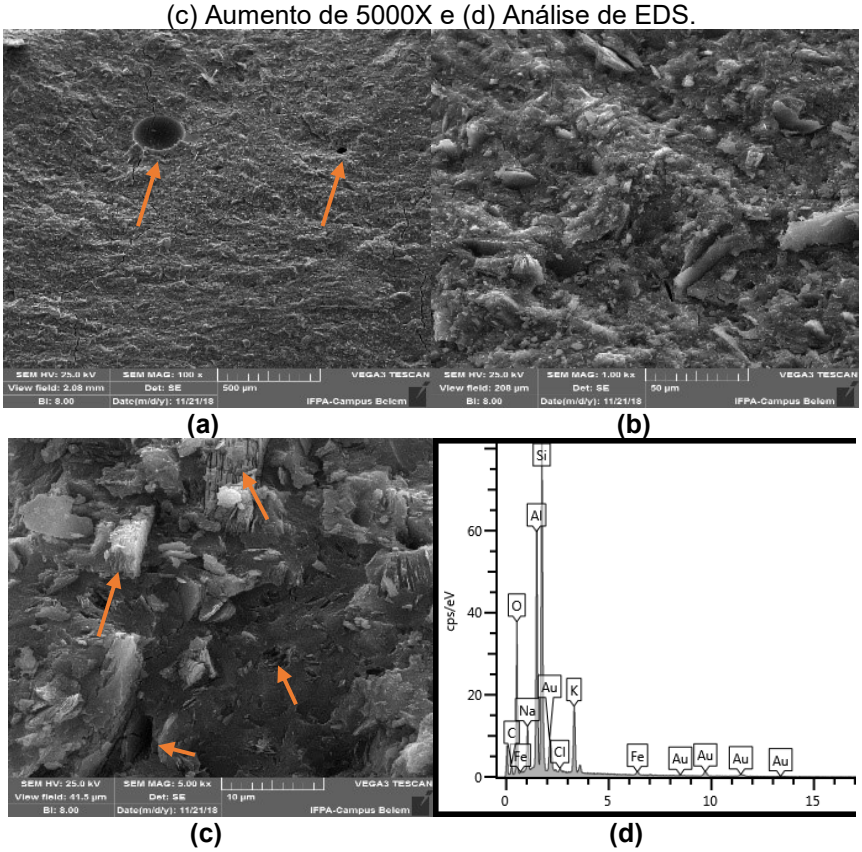
Observa-se nos ensaios de compressão do Gráfico 1, que a influência da adição de escória de alto forno, com valores de até 45% de EAF, apresentam os maiores ganhos de resistência. Para percentuais acima de 45% de EAF ocorre uma redução da resistência a compressão. Segundo Porto (2018) e Sousa (2005), a redução de resistência pode ocorrer devido a maior quantidade de material não

reagido na matriz, em razão das maiores quantidades de escória usadas em valores percentuais acima de 45%.

Souza (2005), avaliou o geopolímero em seus estudos através da síntese de metacaulim com hidróxido de potássio e 45% em massa de escória granulada de alto forno, concluiu que o percentual de 45% confere estabilidade ao geopolímero em que trata a relação de Cálcio/Silício (Ca/Si) e Cálcio/Alumínio (Ca/Al), serem equilibradas na estrutura do geopolímero produzido, lhe conferindo ganho de resistência maiores.

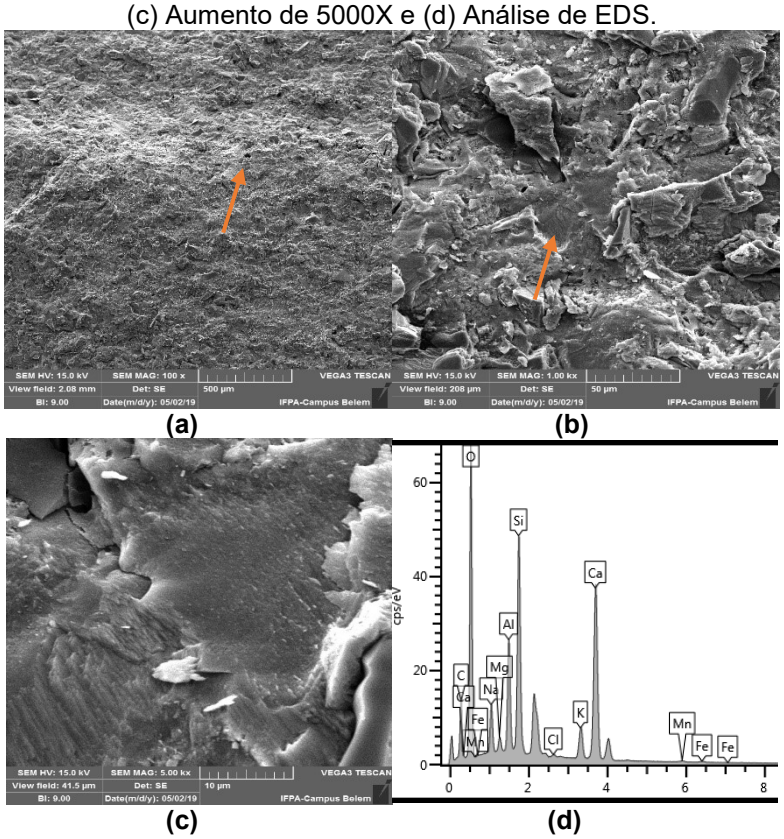
As Figuras 16 e 17 apresentam as análises microestruturais das pastas com 0% e 45% de EAF. E a Figura 18 apresenta a análise microestrutural por mapas químicos com a representação da presença dos principais elementos químicos encontrados na pasta de 45% de EAF.

Figura 16 - Pasta Geopolimérica com 0% de EAF. (a) Aumento de 100X; (b) Aumento de 1000X; (c) Aumento de 5000X e (d) Análise de EDS.



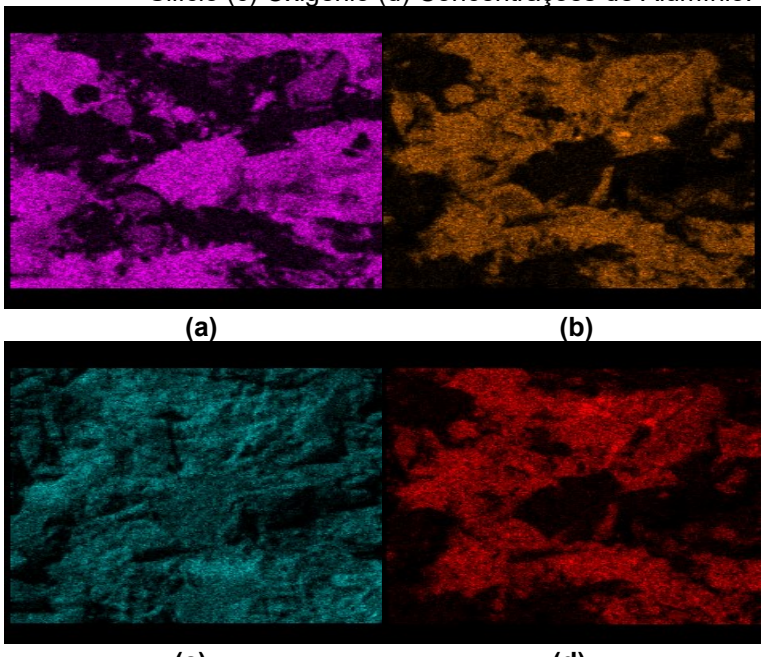
Fonte: Autora(2019)

Figura 17 - Pasta Geopolimérica com 45% de EAF. (a) Aumento de 100X; (b) Aumento de 1000X; (c) Aumento de 5000X e (d) Análise de EDS.



Fonte: Autora(2019).

Figura 18 - EDs com mapa com os principais elementos encontrados na pasta com 45% EAF referente à figura 15b (1000x): (a) Concentrações de Calcio (b) Concentrações de Silício (c) Oxigênio (d) Concentrações de Alumínio.



Fonte: Autora(2019)

De acordo com a análise microestrutural, a pasta de geopolímero com 0% de EAF, apresentou vazios que podem ter decorrido devido a formação de aprisionamento de ar (Figura 16a). A superfície da Figura 16b revela morfologia de superfície densa e rugosa, maior porosidade, apresentando partículas de metacaulim não reagido, representado pelos picos de tons mais claros na Figura 16c. Isso pode ter ocorrido pela forma que a mistura foi realizada, manualmente, por se tratar de um estudo preliminar e embasado em outros estudos de pasta. A Figura 16d, apresenta a análise de EDs da amostra, contendo os picos mais intensos de Silício e Alumínio como principais precursores do geopolímero.

A pasta de geopolimero com 45% de EAF na Figura 17, apresentou uma área superficial com menor concentração de espaços vazios quando comparada com a pasta geopolimérica com 0% (Figura 16). Nas Figuras 17b e 17c é possível observar uma densificação, com superfície mais lisa e sem presença de materiais não reagidos.

Na análise de composição química por EDs na figura 17d, é possível observar elementos como o silício, alumínio e oxigênio como elementos principais. Além desses elementos químicos, o cálcio também foi identificado com uma intensidade de pico considerável, componente em que apareceu somente nas pastas com EAF, estando associado a escória. Este elemento pode estar relacionado com o aumento da resistência quando comparado com 0% de EAF. A Figura 18 apresenta os mapas composicionais do percentual de 45% de EAF. Estas imagens expõem as concentrações dos elementos que constitui a pasta em sua superfície, sendo este ligado a composição da pasta obtidas por EDs.

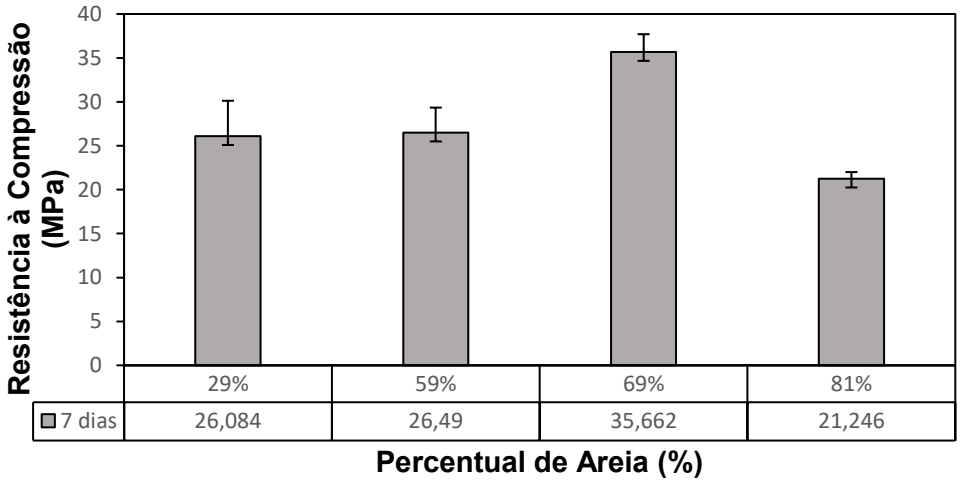
Baseados nos estudos realizados por Astutiningsih & Liu (2005) e Silva (2006) que estudaram a relação da concentração de cálcio na EAF (Tabela 8) (Figura 17 e 18), sendo esta a única fonte de cálcio na pasta, estando relacionado com ganho de resistência a compressão dos CP's. Para estes autores durante a mistura, o íon Ca^{++} reage com íon OH^{-} no sistema aquoso alcalino para formação de $Ca(OH)_2$ (Hidróxido de Cálcio), que posteriormente reage com o CO_2 da atmosfera formando calcita, $CaCO_3$, que está relacionado com o mecanismo de endurecimento, pois o cálcio se aloja nos interstícios (vazios), formando a estrutura da pasta geopolimérica mais compacta com menos quantidade de poros (PINTO, 2006).

4.1.4 Estudos preliminares da argamassa Geopoliméricas

Para o estudo do CCG, houve a necessidade de realizar estudos para os percentuais de areia, através dos resultados preliminares de argamassa. Para Cunha (2013) a areia tem função estrutural na argamassa, ganhando coesão pela ligação dos seus grãos ligantes, tais propriedades da areia como a dureza, a forma dos grãos, a granulometria e a porosidade alteram as características da argamassa. Além disso, a origem e o estado de limpeza da areia influenciam nas principais características da argamassa.

No Gráfico 2 apresenta a resistência à compressão por percentual aplicado de areia.

Gráfico 2 - Resistência à compressão da argamassa geopolimérica com 45% de EAF variando os percentuais de Areia.



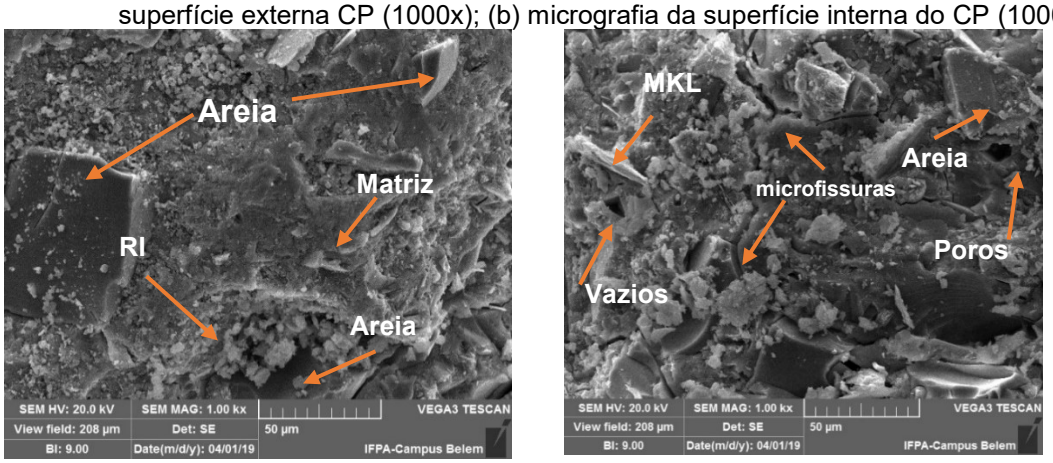
Fonte: Autora(2019)

De acordo com o Gráfico 2 é possível observar que o percentual de 69% de areia obteve 35,6Mpa, apresentado resistência superior as demais. Esta argamassa apresentou consistência, plasticidade e aderência que resultou maior ganho de resistência em relação a argamassa do cimento Portland. De acordo com autores Silva (2011) para os estudos de argamassa geopolimérica, o resultado ideal encontrado por ele foi de 60% em areia, para Araujo (2017) e Helene & Terzian (1993), os percentuais ideais variam dependendo de sua aplicação, entre 30% a 75% em

massa de areia. Assim o resultado encontrado através do estudo da argamassa geopolimérica deste trabalho se encontram nos limites descritos por estes autores, com finalidade de aplicação em concreto.

A Figura 19 apresenta a análise microestrutural da superfície da argamassa geopolimérica com 69% de areia, obtidas por MEV com aumento de 1000x. Foram feitas análises da superfície externa do geopolímero por estar em contato com ambiente e foram feitas ainda imagens da superfície interna da argamassa com intuito de observar sua homogeneidade.

Figura 19 - Análise de micrografia da Argamassa 69% de areia (MEV): (a) micrografia da superfície externa CP (1000x); (b) micrografia da superfície interna do CP (1000X).



(a) **(b)**

Fonte: Autora (2019).

De acordo com imagens obtidas das superfícies do geopolímero após rompimento, a Figura 19a e 19b apresentam uma microestrutura típica do geopolímero (compacta e amorfa), sem formação de fases distintas, comparando com o Portland que apresenta mais de uma fase Porto (2018). Na figura 19a apresenta a superfície externa do corpo de prova, por possuir um processo de cura mais intenso, evidenciando assim uma matriz homogênea e compacta, sem formação de outras fases, apresentando uma Região Interfacial (RI) da matriz e agregado com boa adesão sem nenhuma fissura nesta região.

A Figura 19b, apresenta a superfície interna da argamassa, contendo pequenos vazios e poros, apresentando também partículas de metacaulim não reagido podendo ser explicado pelo processo de mistura, não sendo suficiente para solubilizar todas partículas sólidas, também apresenta microfissuras que já eram esperadas devido ao

ensaio de compressão. De acordo com Souza (2005) as argamassas geopoliméricas à base de escória granulada de alto-forno apresentam menor porosidade que a argamassa de cimento Portland.

Diante dos estudos preliminares, onde a avaliação foi realizada com ensaios de compressão e microscopia, foi possível observar que o percentual de escória de Alto forno com 45% e o percentual de 69% de areia, foram os percentuais ideais usados para a matéria-prima em pó para produção de concreto que serão apresentados na dosagem de Concreto de Cimento Geopolimérico.

4.2 DOSAGEM DO CONCRETO CCG

Para o traço final, dispondo dos estudos preliminares de pasta e argamassa, que determinaram o consumo de aglomerantes e o cálculo final para o conteúdo de agregados. Os estudos para o CCG foram feitos a partir da composição da Tabela 9, que apresenta o percentual mássico do Concreto de Cimento Geopolimérico (CCG) com o qual possui o traço de 1:2,5:2,3:0,42

Tabela 9 – Características do CCG.

Características do concreto	**Consumo**
MKL & EAF (Kg/m^3)	459
Areia (Kg/m^3)	855
Brita 0 (Kg/m^3)	808
Relação a/c	0,42
Abatimento (mm)	110

Fonte: Autora (2019).

Após a dosagem dos reagentes do concreto em betoneira, foi submetido ao ensaio de abatimento de tronco de cone. A Figura 20, apresenta o resultado e a medida do abatimento de tronco de cone para o CCG que mostram como é realizado o ensaio, de acordo com a norma NBR NM 67 (1998).

Figura 20 - Medida do Abatimento de tronco de cone do CCG.

Fonte: Autora (2019).

O concreto de Cimento Geopolimérico (CCG) apresentou a faixa de abatimento de tronco de cone dentro das especificações da norma NBR NM 67(98), apresentando o valor de trabalhabilidade na faixa de 110 ± 10 mm. Portanto, o valor está de acordo com a determinação pretendida da dosagem, ou seja, a trabalhabilidade requerida foi alcançada. O CCG apresentou elevada trabalhabilidade em relação ao Concreto de Cimento Portland (CCP) com a mesma relação de a/c que obteve 80 ± 10 mm.

4.3 DOSAGEM DO CONCRETO CCP

A dosagem de Concreto de Cimento Portland (CCP) foi realizada segundo os procedimentos de Helene e Terzian (1993), foi utilizado o mesmo consumo de aglomerante, e a mesma relação de a/c de 0,42, o teor de argamassa igual a 62%, o traço final do CCP foi de 1:1,9:1,8:0,42. Suas características são apresentadas na Tabela 10.

Tabela 10 - Características do CCP

Características do concreto	Consumo
Cimento (kg/m^3)	459
Areia (kg/m^3)	897
Brita (kg/m^3)	831
Relação a/c	0,42
Abatimento (mm)	80

Fonte: Autora (2019)

4.5 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE COMPRESSÃO PARA O CCG E CCP

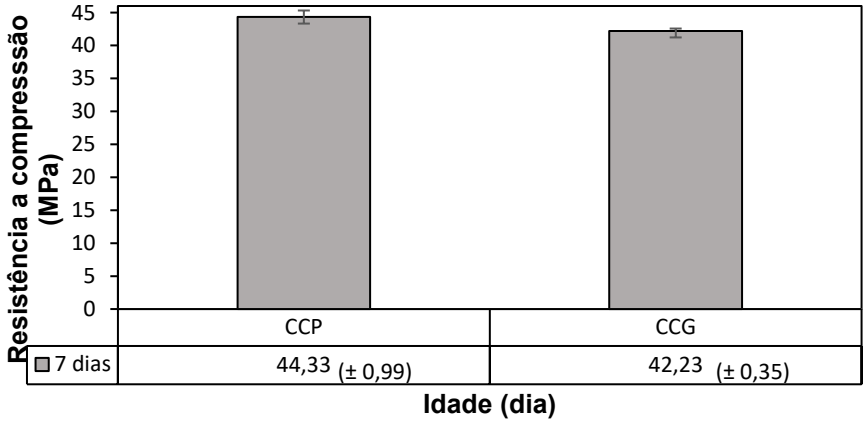
Para o estudo da resistência à compressão, de acordo com requisitos mínimos normativos da NBR 16697 (2018), foram realizados ensaios de compressão de 7 dias no CCG e os resultados foram comparados com os resultados do CCP, conforme a Tabela 11 e o Gráfico 3

Tabela 11 - Resultados do ensaio de compressão do CCG e CCP com 7 dias.

Concreto	**CCP** f_c *(Mpa)*	**CCG** f_c *(Mpa)*
1	43,25	42,89
2	45,68	41,76
3	44,97	42,27
4	43,44	42
Média	**44,33**	**42,23**
Desvio (S_d)	**± 0,99**	**± 0,35**

Fonte: Autora (2019)

Gráfico 3 - Relação entre a resistência compressão com idade de 7 dias.



Fonte: autora (2019)

Verifica-se que o resultado médio obtido na Tabela 11 para a referida mistura de CCG foi de 42,23 MPa, indicando que este atendeu às especificações normativas, para concreto de alta resistência inicial. Os resultados de resistência a compressão apresentados no Gráfico 3 e a Tabela 11, mostram que na idade de 7 dias o Concreto de Cimento Geopolimérico apresenta desempenho mecânico similar ao desempenho do Concreto de Cimento Portland.

Fazendo uma relação com a água de amassamento (abatimento de tronco de cone) (Figura 20), no concreto a água é um ingrediente necessário para as reações de hidratação do cimento, agindo como o agente que dá a plasticidade aos componentes da mistura do concreto (METHA & MONTEIRO, 1994). Pode-se dizer, que está diretamente ligada com o resultado de resistência à compressão do concreto geopolimérico, por se apresentar consistente e não tão fluida, havendo boa coesão entre os elementos, permitindo o controle da trabalhabilidade do concreto geopolimérico.

Moura (2014) relatou que houve grande dissolução do metacaulim com a escória de alto forno, favorecendo a geopolimerização. Descrevendo que a grande quantidade de sílica e óxido de cálcio, se apresentou superior ou igual à de óxido de alumínio presente na formulação. Os cátions Ca^{+2} estabilizam a cadeia, e neutralizam as cargas negativas de dois alumínios de uma só vez, densificando as estruturas geopoliméricas. Fazendo o cálcio desempenhar um notável aumento da resistência mecânica.

Pinto (2006) descreve que a reação de ativação alcalina se traduz, em termos, como um processo de policondensação em que os tetraedros de SiO_2 e AlO_4 se ligam alternadamente entre si, compartilhando todos os oxigênios, fazendo-se assim os íons de K^+ atuarem como agentes formadores de estrutura, equilibrando a demasia de cargas consequente da alteração da coordenação do alumínio com o oxigênio, os quais são componentes principais que determinam as propriedades ligantes. Sendo assim, o concreto de cimento geopolimérico apresenta-se com textura e ordenação estrutural amorfa. Pode-se dizer que a Escória de Alto Forno estudada como resíduo neste trabalho tem grande potencial de substituição em parte de material nobre (Caulim) para produção do Concreto de Cimento Geopolimérico.

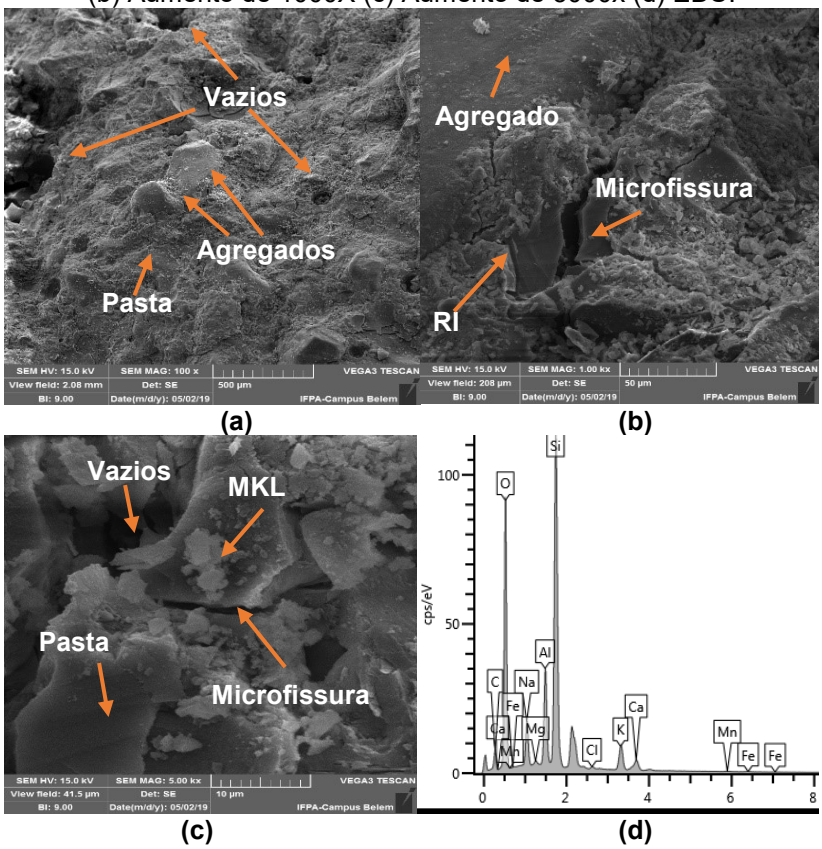
4.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DOS CCG e CCP (MEV)

Foram realizadas análises microestruturais do CCG presentes na Figura 21, visando observar a morfologia e as características da Região Interfacial (RI) dos

agregados com a matriz geopolimérica. Para efeito comparativo também foram realizadas análises microestruturais para CCP (figura 22).

Como já mencionado, as suas propriedades físicas e mecânicas e a sua composição química são fundamentais para o comportamento mecânico do concreto. As amostras para a análise em MEV foram retiradas dos corpos de prova após a ruptura por compressão.

Figura 21 – Micrografias das superfícies do concreto CCG com 7 dias. (a) Aumento de 100X (b) Aumento de 1000X (c) Aumento de 5000x (d) EDS.



Fonte: Autora (2019).

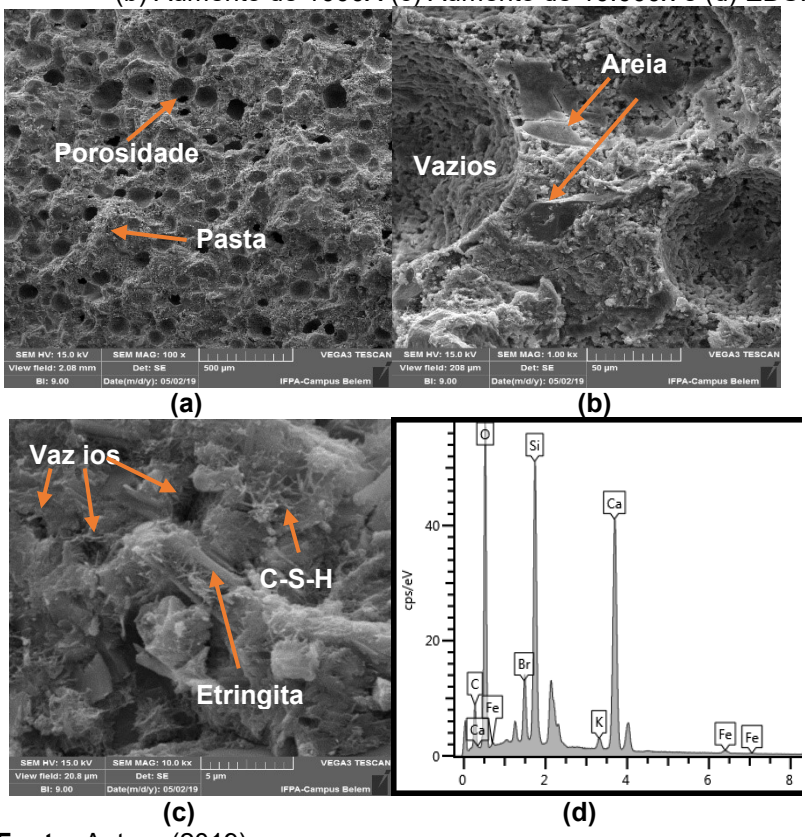
As micrografias na Figura 21, apresentam as morfologias características do CCG. No entanto, nas micrografias de ambos os concretos, verifica-se a ocorrência da superfície de ruptura irregular, o que é uma particularidade dos concretos (SILVA, 2006). Observa-se nas Figuras 21a e 21b, que a matriz de cimento geopolimérico é constituída de uma única fase, não apresentando morfologia definida.

Na micrografia da Figura 21b apresenta o aspecto microestrutural de uma região da interface pasta-agregado da amostra do concreto. Ressaltando-se a Região

interfacial (RI), a interface do agregado miúdo com a matriz geopolimérica apresenta uma zona de transição de boa aderência, não contendo formação de hidróxido de cálcio (Portlandita) nas interfaces. Na Figura 21c a imagem mostra também a presença de partículas de Metacaulim que não reagiram durante a fase de geopolimerização e a presença de macro e microporosidade. Com objetivo de entender a composição da superfície do CCG, foi realizada uma análise espectral da superfície da amostra por EDs, indicando os principais elementos constituintes, apresentada na Figura 21d.

De acordo com a análise de EDS, foi possível determinar que os maiores percentuais encontrados foram os elementos de Silício com 48,96%, Alumínio com 5,85% e Calcio com 1,52%, sugerindo que estes compostos são provenientes do MKL e EAF. Como característica geral do CCG, este apresenta microestrutura menos porosa e mais maciça que a microestrutura do Concreto de Cimento Portland, apresentadas nas micrografias da Figura 22.

Figura 22 - Micrografias das superfícies do concreto CCP com 7 dias. (a) Aumento de 100X (b) Aumento de 1000X (c) Aumento de 10.000x e (d) EDS.



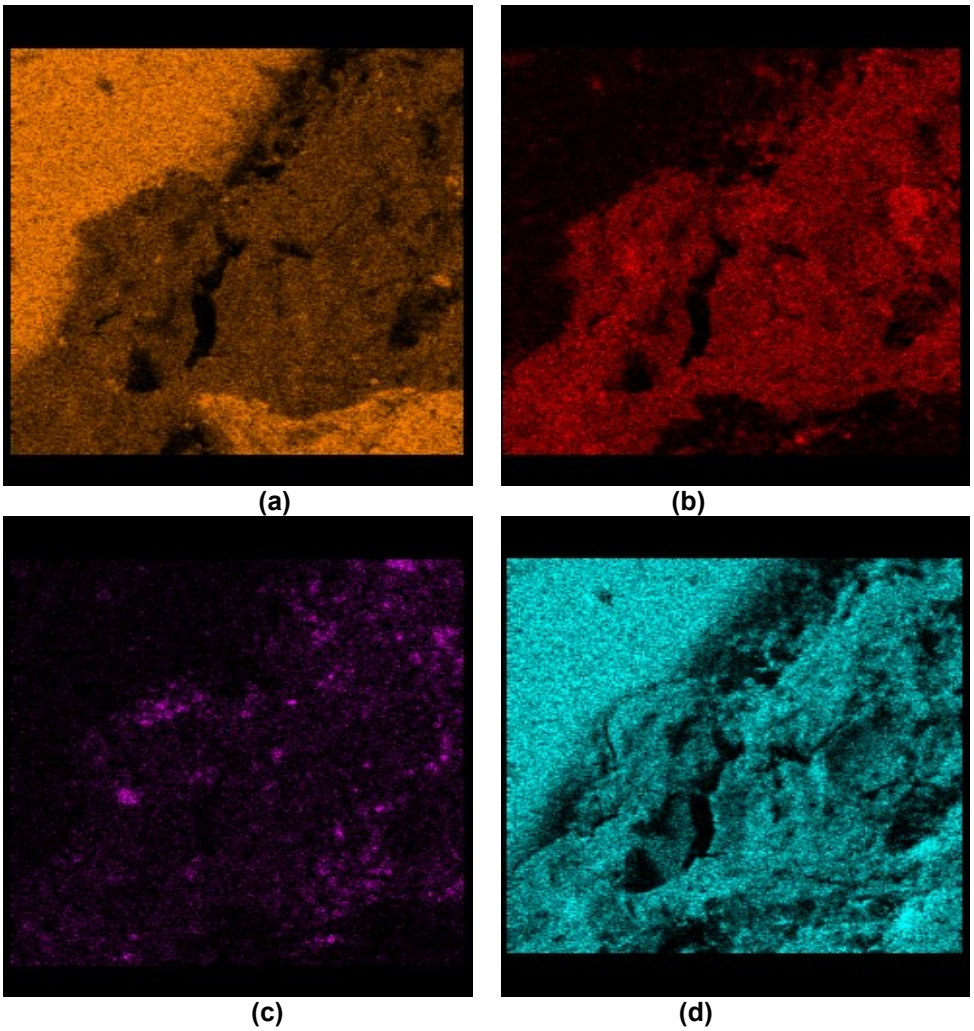
Fonte: Autora (2019).

As figuras 22a e 22b revelam quantidades significativas de poros e vazios na estrutura do CCP maiores que no CCG, possivelmente atribuído a moldagem do Concreto. Para Pinheiro (2004), a reação química de hidratação do cimento Portland ocorre com redução de volume, dando origem a poros, cujo volume é da ordem de 28% do volume total do gel. A estrutura interna do concreto se apresenta bastante heterogênea, adquirindo formas de retículos espaciais de gel endurecido (cristais), de grãos de agregados graúdos e miúdos de várias dimensões, envoltos por grandes quantidades de poros e capilares, que são portadores de água e por ar aprisionado no concreto.

Verifica-se na Figura 22c a formação de outras duas fases, possivelmente Etringitas que são produtos da hidratação de aluminatos que se formam nas primeiras horas de hidratação, estes são cristais que fragilizam o concreto, os quais são porosos e com baixas resistências. Há formação também de cristais de C-S-H que são estruturas fibrilares, indicada na micrografia, que tem a composição C=CaO, S=SiO_2 e H=H_2O, estes apresentam excelentes resistências mecânicas e químicas dentro do CCP, a morfologia dos seus cristais dependem das condições de cura (MEDEIROS, 2019) e (SILVA, 2000b).

A Figura 22d (EDS), expõe os picos principais dos elementos presentes no CCP, sendo evidenciados o Silício com 49,18%, Calcio com 20,23%. A presença maior do cálcio, comparado ao CCG, pode justificar a sua instabilidade e fragilidade, por ter mais fases contendo cálcio. A Figura 24 apresenta os mapas da composição da superfície do CCP identificando os depósitos apresentados no EDS, confirmando na sua estrutura, os elementos distribuídos na sua superfície.

Figura 23 - Análise de Mapa composicional do CCG: (a) Silício; (b) Alumínio; (c) Cálcio e (d) O_2.

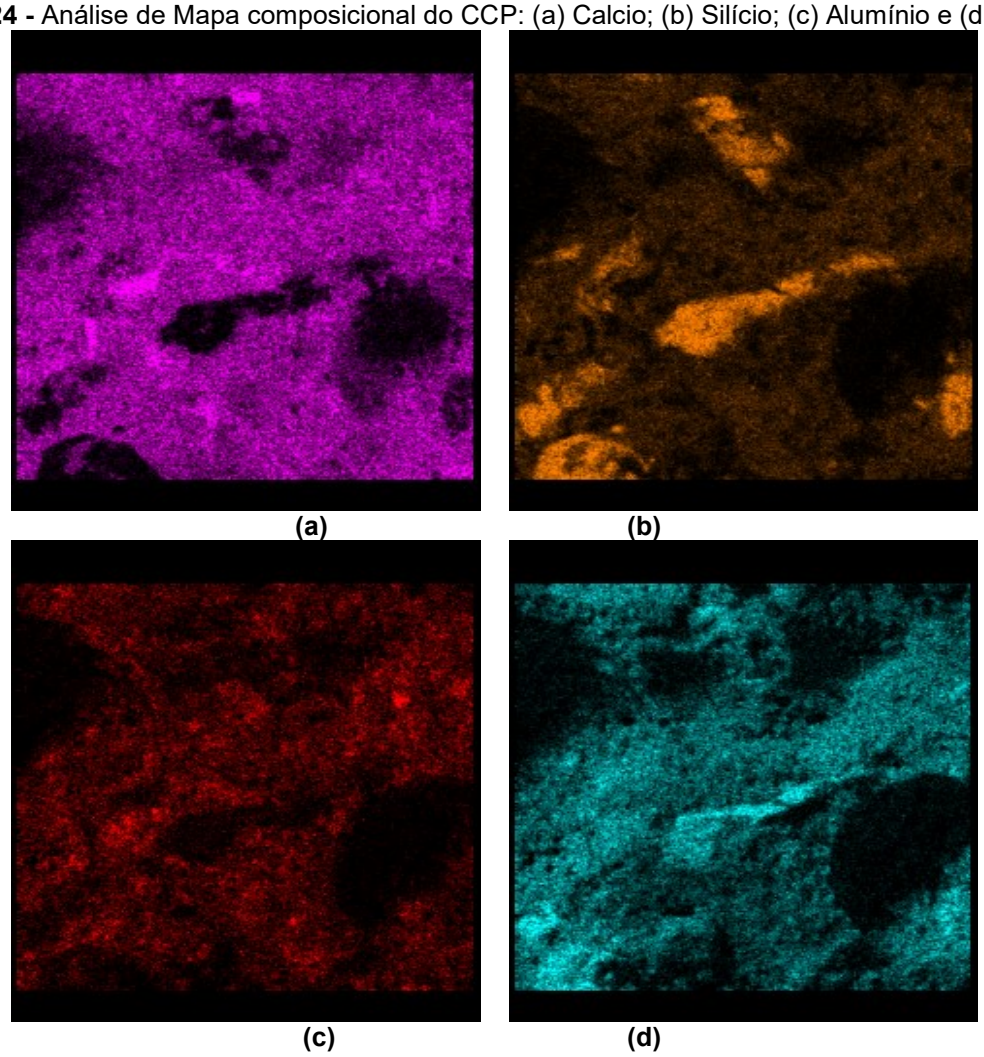


(a) **(b)**

(c) **(d)**

Fonte: Autora (2019)

Figura 24 - Análise de Mapa composicional do CCP: (a) Calcio; (b) Silício; (c) Alumínio e (d) O_2.



Fonte: Autora (2019)

Os resultados mostraram que o CCG quando comparado com o CCP apresentou menor resistência, porém, com uma pequena margem de diferença entre os dois tipos de concreto, o que pode ser explicado pela utilização de parâmetros muito semelhantes na composição do traço e que influenciaram nos resultados, como o consumo de aglomerante e a quantidade de agregado graúdo, estando também relacionado com a razão do abatimento de tronco de cone, pois os valores obtidos para o CCG foram maiores que o do CCP.

5 CONCLUSÕES

O presente trabalho propôs a formulação de um Concreto de Cimento Geopolimérico, tendo em vista remover resíduos sólidos prejudiciais ao ambiente e contribuir para redução de extração de matérias-primas não renováveis. A partir dos resultados obtidos observou-se que:

- As análises químicas e físicas, demonstraram que a composição básica do Metacaulim e Escória de Alto Forno estão de acordo com os padrões estudados na literatura, a EAF se mostrou um resíduo que pode ser utilizado para a produção de materiais geopoliméricos, como fonte principal de Cálcio.
- Os resultados obtidos através de ensaio de resistência à compressão e análise microestrutural mostrou que, a melhor composição encontrada para a pasta geopolimérica foi de 45% de EAF com resistência de 37 Mpa. Para o teor de areia na argamassa geopolimérica, o melhor percentual encontrado foi de 69% com resultados de 35 Mpa.
- Os resultados obtidos de resistência à compressão do Concreto de Cimento Geopoliméricos foi de aproximadamente 42 MPa, resultado similar quando comparado ao de Concreto de Cimento Portland, que se enquadra na norma NBR 5733, que trata de cimento de alta resistência inicial.
- Os resultados de caracterização microestrutural revelaram que o Concreto de Cimento Geopolimérico apresentou uma única fase de aluminossilicato contendo potássio e cálcio. Além disso, apresentaram boa aderência da interface matriz e agregados, não apresentando formação de outras fases como os cristais de C-S-H e Etringita no CCP.

Os resultados apresentam boas propriedades mecânicas e microestruturais do CCG para aplicação em obras civis que demandam materiais que alcancem altas resistências nas idades iniciais, podendo ser aplicados nas indústrias de pré-moldados e pavimentação.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Analisar pasta geopoliméricas com outros tipos de matérias-primas por exemplo: substituir o caulim por resíduo de caulim;
- Testar formulações com diferentes concentrações molares;
- Testar outras fontes de cálcio para o geopolímero;
- Estudar o efeito do tempo e cura no concreto geopolimérico no desenvolvimento da resistência à compressão, expor a mais tempo de cura;
- E verificar a influência da granulometria dos pós utilizados na formação da matriz geopolimérica.

REFERENCIAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas**. NBR 5733 - Cimento Portland de alta resistência inicial.** Rio de Janeiro. Julho. 1991.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas**. NBR NM 67 - Concreto – Determinação da consistência pelo abatimento de tronco de cone.** Rio de Janeiro. 1998.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas**. NBR 5738 (MB2) - Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos-de-prova.** Rio de Janeiro. Dezembro. 2003.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas**. NBR 16697 - Cimento Portland – Requisitos**. Rio de Janeiro. Dezembro. 2018.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 5739 – Concreto – Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos.** Rio de Janeiro. Junho. 2007.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7211 - Agregados para concreto – Especificação.** Rio de Janeiro. Abril. 2005.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7214 - Areia normal para ensaio de cimento – Especificação.** Rio de Janeiro. Fevereiro. 1982.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7215 – Cimento Portland – Determinação da resistência a compressão.** Rio de Janeiro. Dezembro. 1996.

ALTAN, E., Erdogan, S. T. **Alkali activation of a slag at ambient and elevated temperatures**. Cement and Concrete Composites. 2012. v. 34, p. 131 – 139, 2012.

ARAUJO L., MEET L. B. R., LABRICHA A. J., SENFF L. **Desenvolvimento de Geopolimeros a partir de residuos de construção como agregado.** 8º Forum Internacional de Residuos Solidos. Curitiba – PR. 2017.

APOLONIO, P. H. **Produção de geopolimeros usando cinza de casca de arroz como fonte complementar de sílica**. Dissertação de mestrado. Engenharia Civil e Ambiental. Universidade Federal de Pernambuco. Caruaru, PE, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS. **Estudo Prospectivo do Setor Siderúrgico**. Brasília, 2008.

ASTUTININGSIH, S., LIU, Y. **Geopolymerisation of Australian slag with effective dissolution by the alkali.** In J. Davidovits (Ed.), Geopolymer 2005 Proceedings (Saint Quentin, France ed., Vol. 1, pp. 69-73). France: Institute Geopolymere. 2005,

AZIMI, E. A., ABDULLAH, M. M., MING, L. Y., YONG, H. C., HUSSIN, K., & AZIZ, I.H. **Processing and Properties of Geopolymers of Geopolymers as Thermal Insulanting Materails: A Review.** Reviws on Advanced Materials Science*, Vol. 44* - Nº 3, 273-285, 06 de AGOSTO de 2016.

BAKHAREV, T. **Durability of Geopolymer Materials in Sodium and Magnesium Sulfate Solutions**. Cement and Concrete Research, v. 35, n. 6, p. 1233-1246, 2005a.

BAKHAREV, T. **Resistance of Geopolymer Materials to Acid Attack**. Cement and Concrete Research, v. 35, p. 658-670, 2005b

BARBOSA, R. M. **Caracterização Geoambiental da Escória de Aciaria de Cinco Estados Brasileiros.** 2013. 158p. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós-graduação em Geotecnia da UFOP, Escola de Minas. Núcleo de Geotecnia - Nugeo., Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2013.

BIGNO, I. C. **Geopolímeros à base de resíduos agrícolas e agroindustriais**. 2008. 280 p. Tese (Doutorado)- Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.

BOCA SANTA, R. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel.** 135 p. Dissertação de mestrado em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 2012.

CÂNDIDO, V. S., SILVA, R A., SIMANASSIB, T. N. **Mechanical and microstructural characterization of Geopolymeric concrete subjected to fatigue.** 566-570p. Revista Journal of Materials Research and Technology. 2018.

CASCAES, M.E.L. **Desenvolvimento de geopolimeros a partir do uso de metacaulim e cinza de casca de arroz.** Trabalho de conclusão de curso em curso em Engenharia de Infraestrutura, Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Joinville, 2016.

CASTALDELLI, V. N. **Estudo de geopolímeros utilizando cinzas residuais do bagaço de cana-de-açúcar.** Dissertação de mestrado. Universidade Estadual Paulista, SP, 2013.

CESARI, V. **Influência do uso de aditivos dispersantes em pastas de geopolímero produzido com cinza volante e hidróxido de sódio**. 2015. 128 f. Dissertação de mestrado em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, 2015.

CUNHA, M. J. M. **Durabilidade de Geopolímeros Monofásicos**. 2013. Tese de Mestrado, Escola de Engenharia. Universidade do Minho. Braga. 2013.

DAVIDOVITS, J. **"Chemistry of Geopolymeric Systems, Terminology".** 1999. Proceedings of the Second International Conference Geopolymer '99, pp. 9- 40, 1999.

DAVIDOVITS, J. **30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications.**

Market Trends and Potential Breakthroughs, Australia, p. 1-16, Out. 2002.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer Cement. A review**, Geopolymer Institute Library. Jan. 2013.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer chemestry and properties.** Proceedings of 88 Geopolymer Conference, (1988).

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials**, J.Thermal Analysis, 1991.

DAVIDOVTS, J. **“Properties of Geopolymeric Cements”**, Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, Kiev, Ukraine, pp. 131-149, 1994.

DIAS, N. A. A**. Geopolímeros: Contributos para a redução das eflorescências**. 2012. 84p. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Braga, 2012.

FARÍAS,O. O., RANGEL, J.M.M., ZAMORA, M. A. B., **“Influência da inclusão de cinzas do bagaço de cana-de-açúcar sobre a compactação, CBR e resistência à compressão de um material de granulometria fina”**, Revista ALCONPAT, 8 (2), pp. 194 - 208, DOI: http://dx.doi.org/10.21041/ra.v8i2.282. 2018.

FERNANDEZ-JIMENEZ, A., PALOMO, A., CRIADO, M. **Microestructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model.** Cement and Concrete Research, v. 35, p. 1204 – 1209, 2005.

GLUKHOVSKY, V.D. **“Ancient, Modern and Future Cements”**, First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, Kiev State Technical University, pp. 1-8, 1994.

GLUKHOVSKY, V. D., ROSTOVSKAJA, G. S., RUMYNA, G. V. **High strength slag-alkaline cements.** 7th International Congress Chemical Cement, Vol.3, Paris, Theme 5, 164 – 168, 1980.

GRANIZO, M.L. **“Activación Alcalina de Metacaolin: Desarrollo de Nuevos Materiales Cementantes”**, Tese de Doutoramento, Universidade Autónoma de Madrid, Espanha, 1998.

HAN, J. **Synthesis and Characterization of Geopolymers for Infrastructural Applications.** 2012. 115p. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil, The Department of Civil and Environmental Engineering, China University of Mining and Technology, China, 2012.

HARTMANN, A. E. **Argamassa Geopolimérica Utilizando Pó de Alumínio como Agente Formador de Poros.** 54p. TCC (Graduação) -Curso de Engenharia de Infraestrutura, Centro Tecnológico de Joinville, Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2016.

HELENE, P.R.L.; TERZIAN, P. **Manual de Dosagem e Controle do Concreto.** 1993. 349p. 1 ed. São Paulo: Pini, 1993.

KONG, D. L. Y.; SANJAYAN, J. G. **Effect of Elevated Temperatures on Geopolymer Paste, Mortar and Concrete**. Cement and Concrete Research, v. 40, n. 2, p. 334-339, 2010.

KOMNITSAS K.; ZAHARAKI D. **Geopolymerisation: A Review and Prospects for the mineral.** Industry Minerals Engineering. Volume 20, Issue 14, November 2007, Pages 1261-1277.

KRIVENKO, P. **“Alkaline Cements”,** First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, K.S.T.U., pp. 12-45, 1994.

LIVI, C. N. **Desenvolvimento de pasta de geopolímeros a base de cinza volante e hidróxido de sódio**. 2013. 193 p. Dissertação (Mestrado)- Programa de Pós-

Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Cataria. Florianópolis, 2013.

MALOLEPZSZY, J. **The hydration and the properties of alkali activated slag cementitious materials**. Ceramika, v. 53, p. 7 – 125, 1989.

MASUELA, F. B. **Estudo da água não evaporável na hidratação do cimento Portland com escória de alto forno por meio de análise térmica**. Dissertação de mestrado em Engenharia civil, área de construção. Universidade Estadual de Campinas, 2016.

MEDEIROS, M. **Materiais de Construção I Material de aula: Grupo de docentes – Materiais de Construção** - Departamento de Construção Civil – UFPR - http://www.dcc.ufpr.br/mediawiki/images/e/e2/Estrutura_Interna_-_Marcelo.pdf. Acesso em 04/05/2019,

MELO, L. G. A. **Síntese e caracterização de geopolímeros contendo filitos.** 2011. 185p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2011.

MELO, M. L. **Desenvolvimento de geopolímero a partir de cinza de olaria e metacaulim ativado com adição de cinza de ossos bovinos.** 53p. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Instituto de Geociências e Engenharias, Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Marabá, 2016.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto Estrutura, Propriedades e Materiais**. Ed.:PINI. ISBN.: 85-7266-040-2. Português, p. 573. 1994.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concrete: Microstructure, Properties and Materials**. 3a ed. New York: McGraw-Hill, 659p. 2008.

MEHTA, P.K. **Rice husk ash - A unique suplementary cementing material**. In: Advances in Concrete Technology. CANMET. Ottawa, 1992, p. 407-431.

MOURA, J. **Desenvolvimento de geopolímero a partir de cinza de olaria, refratário dolomítico post-mortem e metacaulim.** 57p. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais., Instituto de Geociências e Engenharias, Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Marabá, 2014.

NASCIMENTO, J.F. **Estudo da Expansibilidade da Escória de Aciaria para Uso em Pavimentação Rodoviária**. 2003. 177p. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte – MG, 2003.

PALOMO, A., GRUTZEK, M. W., BLANCA, M. T. **Alkali activated fly ashes. A cement for the future.** Cement Concrete Research, v. 29, p. 1323 – 1329, 1999

PEDROSA, R. A. A. **Estudo da viabilidade técnica e econômica do uso de agregados de escória de aciaria em concreto betuminoso usinado a quente.** 2010. Dissertação de Mestrado no NUGEO, Área de concentração: Geotecnia - Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2010.

PEREIRA, D. S. T., SILVA, F. J., PORTO, A.B., MONTEIRO, S. N., CANDIDO, V. S., SILVA, A. C. R., Análise Microestrutural entre o concreto geopolimérico e concreto Portland. 72º congress annual da ABM. ISSN 2594-5327. Vol 72 - 2017.

PHAIR, J. W., Van Deventer, J. S. J. **Characterization of fly-ash-based Geopolymeric binders activated with sodium aluminate.** 2002. Industrial and Engineering Chemistry Research, v. 41, p. 4242 – 4251, 2002.

PHAIR, J. W., Van Deventer, J. S. J. **Effect of silicate activator pH on the leaching and material characteristics of waste-based inorganic polymers**. Minerals Engineering, v. 14, p. 289–304, 2001.

PINTO, A. T. **Introdução ao estudo dos geopolimeros** 88p. Apostila. Universidade de Trás-os-Montes e alto douro, Vila Real, 2006.

PORTO, A. B. R., Candido, V. S., Monteiro, S. N., Silva, A. C. R. **Estudo das propriedades termomecânicas de geopolimeros produzidos a partir de metacaulim.** p. 864-872. In: 73º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2018. ISSN: 2594-5327, DOI 10.5151/1516-392X-31513.

PRADO, R. de M.; FERNANDES, F.M.; NATALE, W. **Uso agrícola da escória de siderurgia no Brasil: estudo na cultura da cana-de-açúcar.** Jaboticabal: Funep, 2001. 67p.

RAHIER, H., Simons, W., Van Mele, B., **Wastiels, Reaction mechanism, kinetics and high temperature transformations of geopolymers.** 2007. Journal of Material Science, v. 42, p. 2982 – 2996, 2007.

RAO, K.; PRANAV, D.; ANUSHA, P. **Stabilization of Expansive Soil with Rice Husk Ash, Lime and Gypsum - An Experimental Study**. International Journal of Engineering Science and Technology, Índia, v. 3, p. 8076-8085, 2011.

RIESSEN, A. V. et al. **Cement & Concrete Composites. Bayer-geopolymers: An exploration of synergy between the alumina and geopolymer industries,** Austrália, n. 41, p. 29-33, Abril. 2013.

ROHDE, L. **Escória de Aciaria Elétrica em Camadas Granulares de Pavimentos – Estudo Laboratorial.** 2002. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil, Escola de Engenharia – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2002.

ROY, D. M. **Alkali-activated cements opportunities and challeges.** Cement and Concrete Research, v. 29, p. 249 – 254, 1999.

SANTOS, P.S. **Tecnologia de argilas aplicada às argilas brasileiras.** Fundamentos. São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA, 1975. V. 1. 340 p.

SAGOE-CRENTSILI, K., Weng, L. **Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis: Part II. High Si/Al ratio systems.** 2007. Journal of Material Science, v. 42, p. 3007 – 3014, 2007.

SANTA, R. A. A. B. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Química – Universidade Federal de Santa Catarina, 135p, 2012.

SEVERO, C. G. S. et al. **Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente**. 2013. Revista Eletrônica de Materiais e Processos. v 8.2, p. 55-67. 2013.

SHI, C.; Fernández Jiménez, A.; Palomo, A. **New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement. Cement and concrete**. 2011. Research. V. 41, p 750 – 763, 2011.

SILVA, A. C. R., **Comportamento do concreto geopolimérico para pavimentação sob carregamento cíclico.** Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2006a.

SILVA, A. C. R**., "Concreto geopolimérico para pavimento: uma alternativa ecológica para a indústria do cimento"**, Seminário sobre a indústria e o meio ambiente, Instituto Militar de Engenharia, http://transportes.ime.eb.br Rio de Janeiro, 2006b.

SILVA, A. C. R., **Compósitos geopolimérico com fibra de carbono para reforço de estruturas de concreto.** Tese de Doutorado em Ciência dos Materiais - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2011.

SILVA, F. J. **Reforço e fratura em compósitos de matriz álcali-ativada**. 2000. 271 p. Tese (Doutorado)- Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de janeiro. 2000a.

SILVA, F. J., OLIVEIRA, M. C., MACHADO, M.V.S., DUARTE, F. P., THAUMATURGO C. **Cimentos Geopoliméricos.** Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2000b.

TRINDADE, A. C. C., SILVA, F. A., ALCAMAD, H. A., BORGES, P. H. R. **On the Mechanical Behavior of Metakaolin Based Geopolymers Under Elevated Temperatures**. Received: January 17, 2017; Revised: May 13, 2017; Accepted: June 20, 2017 -- DOI: http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2017-0101 Materials Research.

VAN JAARSVELD, J. G. S., Van Deventer, J. S. J. **The effect of metal contaminants on the formation and properties of waste-based geopolymers.** 1999. Cement and Concrete Research, v. 29, p. 1189 – 1200, 1999.

VASSALO, E. A. S. **Obtenção de geopolímero a partir de metacaulim ativado.** 2013. 104 p. Dissertação (Mestrado)- Programa de Pós-Graduação em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, 2013.