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

JHONATA ALBUQUERQUE BOTELHO

ESTUDO DO PROCESSO DE CALCINAÇÃO DO CAULIM PARA PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS

Ananindeua – PA
2024

JHONATA ALBUQUERQUE BOTELHO

ESTUDO DO PROCESSO DE CALCINAÇÃO DO CAULIM PARA PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Pará, em cumprimento as exigências para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva

Ananindeua – PA

2024

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)

B748e Botelho, Jhonata Albuquerque.
Estudo do processo de calcinação do caulim para produção de geopolímeros / Jhonata Albuquerque Botelho. — 2024.
xiii, 60 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
Trabalho de Conclusão (Graduação) - Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua, Curso de Engenharia de Materiais, Ananindeua, 2024.

1. Geopolímeros. 2. Calcinação. 3. Resistência a compressão. I. Título.

CDD 620.11

JHONATA ALBUQUERQUE BOTELHO

ESTUDO DO PROCESSO DE CALCINAÇÃO DO CAULIM PARA PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Pará em cumprimento as exigências para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

DATA DA AVALIAÇÃO: 26/09/24

CONCEITO: Excelente

BANCA EXAMINADORA:

Documento assinado digitalmente
gov.br
ALISSON CLAY RIOS DA SILVA
Data: 08/10/2024 17:43:51-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. Alison Clay Rios da Silva (Orientador)

Documento assinado digitalmente
gov.br
VERONICA SCARPINI CANDIDO
Data: 08/10/2024 17:29:46-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Profa. Dra. Veronica Scarpini Candido - Examinador interno (FEMat –UFPA)

Documento assinado digitalmente
gov.br
MATHAUS MORAES LUCAS
Data: 08/10/2024 16:53:41-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Msc. Mathaus Moraes Lucas - Examinador externo (Bravo Brasil)

Dedico este trabalho primeiramente a Deus, por ser essencial em minha vida, a minha esposa Laís e minha filha Manuela, pois elas são as razões de cada esforço no alcance dos meus sonhos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu Deus pelo dom da vida, a minha esposa Laís Botelho, por sempre estar presente ao meu lado nos momentos difíceis e nos momentos de glória, e por ter me dado o melhor presente que um homem pode ter aqui na terra, que foi minha filha Manuela. Elas são meu combustível para vencer cada obstáculo.

Ao meu pai Joel, por ser meu exemplo de homem trabalhador e por sempre acreditar nos meus objetivos e nunca desistir dos meus sonhos. A minha mãe Ivonilde, por dedicar seu tempo pelas madrugadas orando pela minha vida. Sem as suas orações não conseguiria nada nessa vida.

Ao meu sogro Antônio e a minha sogra Marlúcia, pelas orações, ajudas e conselhos ao longo da minha trajetória, vocês são mais que meu sogro e minha sogra, são meus segundo pais.

A minha irmã Priscila, por todo companheirismo e sensatez nos melhores e piores momentos, contribuindo enormemente para a minha vida profissional e pessoal.

Ao meu cunhado João Victor, pelos conselhos, orações e amizade.

Aos meus amigos que se tornaram irmãos Jeovan Ramos, Marlon Borges e Esaú Gomes, por todo companheirismo e amizade que construir ao longo do curso.

Ao meu orientador Prof. Dr. Alisson Rios e a Profª. Drª. Verônica Scarpini, agradeço por todo suporte acadêmico e institucional, suas histórias de vida são inspiradoras.

Ao meu amigo de laboratório Paulo Aranha, por toda ajuda, orientações, dedicações nas práticas laboratoriais, louvo a Deus por sua vida.

Ao Laboratório de Práticas Tecnológicas e ao Laboratório de Caracterização de Materiais da Universidade Federal do Pará *Campus* Ananindeua, por todo apoio técnico e estrutural.

A todos os professores da Faculdade de Engenharia de Materiais (FEMat), que contribuíram para que esse sonho virasse realidade.

RESUMO

O cimento Portland é um dos materiais mais utilizados no mundo, e é responsável por volta de 7,5% das emissões anuais de gases agravadores do efeito estufa. Engenheiros e cientistas visando diminuir danos maiores ao meio ambiente pesquisam e projetam cimentos alternativos de alto desempenho utilizando tecnologia verde, para substituir o cimento *Portland*. Dentre a classe de cimentos alternativos encontra-se os geopolímeros, polímeros inorgânicos desenvolvidos pelo cientista francês Joseph Davidovits. Os geopolímeros são produzidos por meio de uma fonte de aluminossilicatos amorfos junto a uma solução alcalina, que por meio da geopolimerização forma um material de alta durabilidade, refratariedade e resistência mecânica, devido as ligações Si-O-Al. O metacaulim é um dos principais materiais precursores fonte de aluminossilicatos para a produção de geopolímeros devido sua composição química e reatividade. No presente estudo foi investigado o desempenho mecânico de geopolímeros a base de metacaulim da região amazônica com adição parcial de escória de alto forno, baseado em três temperaturas de calcinação, 700°C, 800°C e 900°C, por 2h cada. Inicialmente foi realizado a calcinação para a obtenção do metacaulim nas três temperaturas, em seguida foram determinadas as propriedades físicas de perda ao fogo e teor de umidade, e mineralógicas, através de Difratometria de Raios-X. Em seguida, foram produzidos corpos-de-prova de pasta geopolimérica de cada metacaulim obtido, com 10% de adição parcial de escória de alto forno e uma solução alcalina de 10 molar, para determinação de resistência a compressão. Em seguida os cimentos geopoliméricos fraturados foram analisados por meio de microscopia óptica. O metacaulim obtido nas três temperaturas apresentaram propriedades físicas consistentes com a literatura apresentou propriedades físicas, a análise de Difratometria de Raios-X apresentaram um halo amorfo com um pico acentuado de sílica, o que resultou em uma resistência a compressão de 44, 45, 38 MPa, das variações de temperatura de obtenção do metacaulim 700, 800, e 900°C, respectivamente. Quanto a análise morfológica, as pastas produzidas com metacaulim obtido a 700° e 800° apresentaram uma superfície densa e homogênea, quando comparados a pasta geopolimérica produzida com o metacaulim obtido a 900°C, devido à baixa atividade pozolânica comparado as demais variações térmicas.

Palavras-chaves: geopolímeros; calcinação; resistência a compressão.

ABSTRACT

Portland cement is one of the most widely used materials in the world and is responsible for around 7.5% of annual greenhouse gas emissions. Engineers and scientists aiming to reduce further damage to the environment are researching and designing high-performance alternative cements using green technology to replace Portland cement. Among the class of alternative cements are geopolymers, inorganic polymers developed by French scientist Joseph Davidovits. Geopolymers are produced by combining a source of amorphous aluminosilicates with an alkaline solution, which through geopolymerization forms a highly durable, refractory and mechanically resistant material due to the Si-O-Al bonds. Metakaolin is one of the main precursor materials for aluminosilicates for the production of geopolymers due to its chemical composition and reactivity. In this study, the mechanical performance of geopolymers based on metakaolin from the Amazon region with partial addition of blast furnace slag was investigated, based on three calcination temperatures, 700°C, 800°C and 900°C, for 2h each. Initially, calcination was carried out to obtain metakaolin at the three temperatures, then the physical properties of loss on ignition and moisture content, and mineralogical properties were determined through X-ray diffractometry. Then, geopolymer paste specimens were produced from each metakaolin obtained, with 10% partial addition of blast furnace slag and a 10 Mol/L alkaline solution, to determine compressive strength. Then, the fractured geopolymer cements were analyzed by optical microscopy. The metakaolin obtained at the three temperatures presented physical properties consistent with the literature. The X-ray diffraction analysis showed an amorphous halo with a sharp silica peak, which resulted in a compressive strength of 44, 45, 38 MPa, from the temperature variations of metakaolin production 700, 800, and 900°C, respectively. Regarding the morphological analysis, the pastes produced with metakaolin obtained at 700° and 800° presented a dense and homogeneous surface, when compared to the geopolymer paste produced with metakaolin obtained at 900°C, due to the low pozzolanic activity when it compared with others thermic variations.

Keywords: geopolymers; calcination; compressive strength.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura em relação a terminologia dos geopolímeros. 6
Figura 2 - Esquema de geopolimerização proposto por P. Duxsol. 8
Figura 3 - Estrutura da caulinita. 9
Figura 4 - Difratometria do metacaulim. 10
Figura 5 - Morfologia do caulim (a) metacaulim (b), com um aumento de 30.000x... 11
Figura 6 - Aplicação dos geopolímeros conforme a razão Si/Al. 14
Figura 7 - Fluxograma das etapas do trabalho desenvolvido. 18
Figura 8 - Caulim *in natura*. 19
Figura 9 - Escória de alto-forno passante de 200 mesh. 19
Figura 10 - Solução alcalina. 21
Figura 11 - Cadinho utilizado para a calcinação. 21
Figura 12 - Forno mufla. 22
Figura 13 - Cadinho utilizado para a determinação da perda ao fogo das matérias-primas. 23
Figura 14 - Cadinho sendo introduzido ao forno mufla para a determinação de perda ao fogo. 24
Figura 15 - Recipiente metálico e pá de adição de material utilizado para o ensaio de determinação de teor de umidade. 24
Figura 16 - Pós de caulins pesados para a determinação de teor de umidade. 25
Figura 17 - Molde metálico utilizado para a produção dos corpos-de-prova de resistência a compressão. 26
Figura 18 - Corpos-de-prova de cimento geopolimérico moldados. 27
Figura 19 - Prensa hidráulica utilizada para determinação de resistência a compressão. 27
Figura 20 - Corpo-de-prova fratura após o ensaio de resistência a compressão. 28
Figura 21 - Microscópico óptico utilizado para a análise da fratura do cimento geopolimérico. 29
Figura 22 - Perda ao fogo dos metacaulins. 30
Figura 23 - Teor de umidade dos metacaulins. 31
Figura 24 - Difratograma do caulim *in natura.* 32
Figura 25 - Difratograma do caulim calcinado a 700°C por 2 horas. 33

Figura 26 - Difratograma do caulim calcinado a 800°C por 2 horas. 34
Figura 27 - Difratograma do caulim calcinado a 900°C por 2 horas. 35
Figura 28 - Resistência a compressão das pastas geopoliméricas. 36
Figura 29 - Microestrutura do CG700. Aumento de 10x. 38
Figura 30 - Microestrutura do CG800. Aumento de 10x. 38
Figura 31 - Microestrutura do CG900. Aumento de 10x. 39

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Especificações químicas do hidróxido de sódio. 20
Tabela 2 - Especificações químicas do silicato de sódio. 20
Tabela 3 - Codificação do cimento geopolimérico em relação a temperatura de calcinação do metacaulim. 27

LISTA DE SIGLAS, SIMBOLOS E ABREVIAÇÕES

(ABNT) Associação brasileira de normas técnicas

(CANAN) Campus Universitário de Ananindeua

(DRX) Difratometria de raios-X

(FEMat) Faculdade de Engenharia de Materiais

(kN) Quilo Newton

(LACMat) Laboratório de Caracterização de Materiais

(LAPTec) Laboratório de Práticas Tecnológicas

(MPa) Mega pascal

(MPa/s) Mega pascal por minuto

(NBR) Norma brasileira

(NM) Norma Mercosul

(ºC) Celsius

(PF) Perda ao fogo

(RPM) Rotação por minuto

(s) Segundo

(Si/Al) Razão silício alumínio

(TU) Teor de umidade

(UFPA) Universidade Federal do Pará

(x) Vezes

(Φ) Diâmetro

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 1
2 OBJETIVOS 3
2.1. Objetivo geral 3
2.2. Objetivos específicos 3
3 JUSTIFICATIVA 4
4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 5
4.1. Geopolímeros 5
4.2. Estrutura dos geopolímeros 6
4.3. Geopolimerização 7
4.4. Matérias-primas 9
4.4.1. Caulim 9
4.4.2. Metacaulim 10
4.4.3. Resíduos sólidos 11
4.5. Ativador alcalino 13
4.6. Aplicações dos geopolímeros 14
4.7. Estudo de calcinação do metacaulim para produção de cimento geopolimérico 15
5 MATERIAIS E METODOLOGIA EXPERIMENTAL 18
5.1. Materiais 18
5.1.1. Caulim 18
5.1.2. Escória de alto-forno 19
5.1.3. Solução alcalina 20
5.2. Metodologia experimental 21
5.2.1. Calcinação do caulim 21
5.2.2. Testes físicos 22
5.2.2.1. Perda ao fogo 22

5.2.2.2. Teor de umidade 24
5.2.3. Difratometria de Raios-X 25
5.2.4. Produção do cimento geopolimérico 26
5.2.5. Ensaio de compressão axial 27
5.2.6. Microscopia óptica 28
6 RESULTADOS E DISCUSSÃO 30
6.1. Testes físicos 30
6.1.1. Perda ao fogo 30
6.1.2. Teor de umidade 31
6.2. Caracterização microestrutural 32
6.2.1. Difratometria de Raios-X 32
6.3. Resistência a compressão uniaxial 35
6.4. Análise morfológica da pasta geopolimérica 37
7 CONCLUSÃO 40
8 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS 41
REFERÊNCIAS 42

1 INTRODUÇÃO

Na indústria da construção civil há um alto consumo de concreto para a construção de edificações e estruturas que devem apresentar estabilidade mecânica, durabilidade e custo-benefício. Em contrapartida a elevada produção de concreto gera consequências ambientas severas por se tratar de processos com alta demanda de energia e consumo de bens não-renováveis (Habert *et al*, 2020).

O cimento *Portland* é o principal material ligante utilizado para a produção de concreto e argamassas, e é o responsável por atribui resistência mecânica e durabilidade. A mistura de vários óxidos compõe o clínquer, que corresponde a principal matéria-prima do cimento *Portland*, seguido de processos térmicos para que seja produzido e comercializado. O concreto se caracteriza como um compósito trifásico, e é composto por um aglomerante (cimento), agregado miúdo (areia) e um agregado graúdo (brita, pedrisco). Os agregados e o aglomerante devem ser homogeneizados com o objetivo de adquirir resistência no decorrer do tempo (Griffiths *et al*, 2023).

A desvantagem do uso de cimento *Portland* possui relação com problemáticas ambientais relevantes, estima-se que para a produção de 1 Kg de cimento *Portland*, é emitido cerca de 0,85 Kg de dióxido de carbono (CO_2), gás que é altamente nocivo ao meio ambiente por agravar o efeito estufa. Sendo a indústria de cimento *Portland* a responsável por cerca de 7,5% das emissões de gases poluentes por ano no mundo (Zhi; An, 2023).

Com o objetivo de reduzir as emissões de CO_2, diversos engenheiros e cientistas estudam a produção e aplicação de cimentos alternativos. Davidovits (1994), Duxson *et al* (2005) e Silva (2006) propõem a substituição do cimento *Portland* por cimentos alcáli ativados, nomeados de geopolímeros, que consistem na combinação de um material rico em aluminossilicatos ativados por uma solução alcalina.

O cimento geopolimérico emiti seis vezes menos CO_2 para atmosfera em seu processo produtivo comparado ao cimento *Portland*. Davidovits (2002) afirma que na produção de 1 (uma) tonelada de cimento *Portland*, gera-se 1 (uma) tonelada de CO_2, enquanto na produção de 1 (uma) tonelada de cimento geopolimérico, gera-se 0,180 toneladas de CO_2. Elegendo o cimento geopolimérico um material alternativo dotado de tecnologia verde, contribuindo para o desenvolvimento sustentável dentro da indústria de construção civil.

Os geopolímeros possuem essa nomenclatura devido sua composição química que é similar aos óxidos das rochas, ‘geo’, e também pela sua estrutura composta por uma unidade repetida em cadeia, ‘polímeros’, por isso é classificado como um polímero inorgânico. Para que haja o processo de geopolimerização, a matéria-prima deve conter alumínio (Al) e silício (Si) em estado amorfo ou semicristalino junto a uma solução alcalina (Zaid *et al*, 2023).

A principal matéria-prima para a produção dos geopolímeros é a metacaulinita, material que resulta do processo de calcinação do argilomineral caulinita. A maior vantagem dos geopolímeros consiste no uso de resíduos industriais para sua produção, como: escória de alto-forno, cinza volante, cinza de processos de extração de energia por biomassa, dentre outros (Raza *et al*, 2022). Comparando as propriedades sob o cimento *Portland*, o cimento geopolimérico apresenta inércia química, que os conferem durabilidade, e refratariedade, que os conferem elevada resistência em altas temperaturas (Davidovits, 1994).

Atendendo as vantagens e aplicações do cimento geopolimérico, o presente estudo visa avaliar o processo de calcinação do metacaulim para a produção de cimento geopolimérico, e determinar suas propriedades mecânicas de resistência a compressão e avaliar sua morfologia.

2 OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Avaliar a resistência a compressão de geopolímeros produzidos com metacaulim calcinados em diferentes temperaturas com adição de escória de alto-forno.

2.2. Objetivos específicos

- Caracterização física e mineralógica de metacaulim obtidos através calcinação por duas horas nas seguintes temperaturas: 700°C, 800°C e 900°C;
- Avaliar a resistência a compressão das pastas geopoliméricas com diferentes temperaturas de calcinação do metacaulim, adicionando parcialmente 10% de escória de alto-forno;
- Avaliar a morfologia de pastas geopoliméricos produzidas com diferentes temperaturas de calcinação de caulim, adicionando parcialmente 10% de escória de alto forno através de microscopia óptica.

3 JUSTIFICATIVA

O presente estudo justifica-se na busca da temperatura ideal para a obtenção de metacaulim, tornando-o apto para ser utilizado como material precursor para produção de pasta geopolimérica de alto desempenho.

Bem como leva em consideração o caráter ambiental, por se tratar da otimização de processos para projeção de um cimento mais sustentável comparado aos convencionais.

Do ponto de vista científico, é justificado pela análise de caracterização estrutural para se averiguar a passagem do caulim para a fase metaestável, onde o material precursor se torna amorfo.

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1. Geopolímeros

Os geopolímeros são materiais inorgânicos cimentícios produzidos a partir de uma fonte rica em aluminossilicato junto a uma solução alcalina. Esse material alternativo ao cimento convencional, apresenta elevada durabilidade, alto desempenho mecânico e inércia química. Além disso, o cimento geopolimérico emite cerca de 75% menos gases nocivos ao efeito estufa e pode ser produzido com resíduos agroindustriais, comparado ao cimento *Portland*. Tornando os geopolímeros uma tecnologia verde frente aos materiais cimentícios presentes no mercado (Elmesalami; Celik, 2022).

Os geopolímeros são datados pela história da humanidade desde do antigo Egito e a antiga Grécia, onde existe monumentos e estruturas com a aparência de uma rocha, com alta densidade e dureza. As esfinges e pilares foram moldadas por uma espécie de cimento ativado por uma solução básica, estudos apontam a existência de ligações Si-O-Si na estrutura desses monumentos, justificando sua excelente durabilidade, devido à presença dessas ligações nos geopolímeros (Alves *et al*, 2020).

Em 1915 foi datado a primeira produção e uso de materiais alcáli-ativados na Bélgica, nomeados de ‘geocimentos’, após 30 anos, foi datado o uso de materiais ativados por solução alcalina na produção de tijolos e artefatos cerâmicos nos EUA. O cientista e engenheiro ucraniano Glukhosky avaliou e caracterizou materiais alcáli ativados, e seu sistema de síntese e nomeou esse material como solo-cimento. Em 1970, na França, em virtude do alto índice de incêndios causados pela presença de matéria orgânica nas edificações, o cientista Joseph Davidovits aprimorou e avaliou os geopolímeros visando sua aplicação como material refratário a fim de reduzir o número de incêndios. Joseph Davidovits, a partir desse episódio, patenteou esse material ao avaliar suas propriedades e processo de síntese (Provis; Dan Denver, 2009).

Os geopolímeros possuem aplicações na indústria de construção civil, naval, aeroespacial e automobilística, que exploram as propriedades mecânicas e refratárias para suas aplicações. Podendo se apresentar reologicamente na forma de resina ou cimentícia, o que torna os geopolímeros versáteis em suas aplicações industriais. A Austrália e a China são líderes no investimento em pesquisa e aplicação de materiais geopoliméricos, principalmente na construção civil (Yang *et al*, 2022).

O cimento geopolimérico está intrinsecamente ligado a fonte de aluminossilicatos utilizado no processo de produção. Atualmente o metacaulim, produto da calcinação do argilomineral caulinita, é a principal matéria-prima para produção de geopolímeros devido sua composição química e alta reatividade (Silva *et al*, 2022). Estudos apontam que cimentos geopoliméricos produzidos a base de metacaulim possuem alto desempenho e uma gama de aplicações no reparo de pavimentos, revestimentos e construção de elementos não estruturais. Sendo o parâmetro de calcinação um dos principais agentes para um cimento geopolimérico de alto desempenho (Davidovits, 2018).

4.2. Estrutura dos geopolímeros

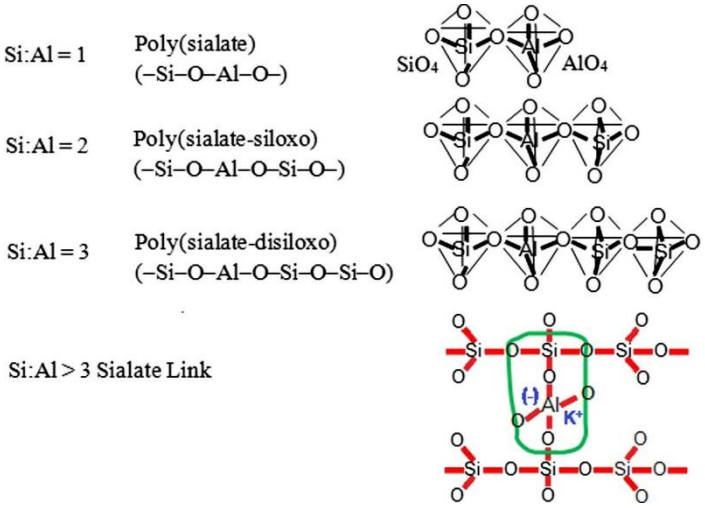
A terminologia dos geopolímeros é definida por ‘geo’, que corresponde a estrutura e composição similar às rochas, e ‘polímero’, que corresponde a estrutura com uma parte repetida. A fórmula empírica dos geopolímeros está destacada na equação 01.

$$M_n\{-(SiO_2)_z - AlO_2\} \cdot wH_2O \quad (1)$$

Onde,
M: cátion (K^+, Na^+);
n: grau de policondensação;
z: 1, 2 e 3;
w: quantidade de água.

A estrutura dos geopolímeros é definida como amorfa, com ligações majoritariamente de Si-O-Al em uma rede tetraédrica. A rede tetraédrica presente nos geopolímeros são formadas pelo compartilhamento alternado de SiO_4 e AlO_4 com átomos coordenados de oxigênio, com o alumínio em coordenação IV, que pode ser equilibrado com a inserção de cátions, do tipo K^+ ou Na^+, que entram equilíbrio com a carga negativa de alumínio, tornando neutra a estrutura (Davidovits, 1991). A figura 1 apresenta a estrutura química quando a nomenclatura.

Figura 1 - Estrutura em relação a terminologia dos geopolímeros.



Fonte: Davidovits, 2002.

A razão silício e alumínio determina a estrutura ideal para cada aplicação quanto a resistência mecânica. Dependendo da quantidade de átomos de silício na estrutura que se repete, os polissialatos possuem aplicações distintas, quanto maior for a razão Si/Al, maior será o desempenho, pois as ligações Si-O-Si tendem a ser mais fortes comparado as ligações com o alumínio (Davidovits, 1991).

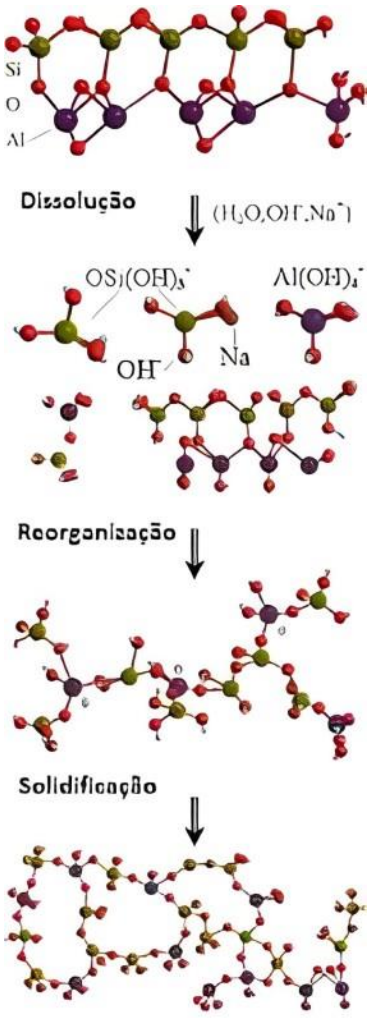
4.3. Geopolimerização

O processo de geopolimerização consiste nas etapas de síntese que ocorrem de forma simultânea ao unir a solução alcalina a uma fonte de aluminossilicatos amorfa. Há vários estudos que avaliam o processo de geopolimerização e a cinética de reação, com o objetivo de tornar aplicável o geopolímero em setores industriais. A razão sílica e alumina (Si/Al), homogeneidade físico-química da fonte de aluminossilicato, e temperatura de condições de síntese são fatores que influenciam no processo de geopolimerização e na qualidade do produto final quanto suas propriedades (Amritphale; Bhardwaj; Gupta, 2019).

Glukhovsky propôs um modelo de geopolimerização que consiste em dois fenômenos simultâneos, a cristalização, como alteração química, e o coagulo como alteração física. Apesar da dualidade teórica, o cientista P. Duxson propôs um modelo com cinco etapas de síntese, que consiste em etapas, na dissolução, equilíbrio de especiação, gelificação, reorganização, polimerização e endurecim ento, como demostrado na figura 2. De forma suscinta, inicialmente ocorre a quebra das ligações de aluminossilicatos pelo contato com os íons alcalinos, formando monômeros e oligômeros de silicatos e aluminatos, em seguida, a partir dessa formação, ocorre a

supersaturação de um gel rico em Al-O-Al (gel 1), bem como ocorre a multiplicação de ligações de Si-O-Si (gel 2), devido a inserção de uma fonte extra de sílica. Com o crescimento de ambos os géis, ocorre a policondensação dos oligômeros de ligação Al-O-Si, e em seguida o endurecimento das macromoléculas (Thang, 2020; Sgarlata *et al*, 2021).

Figura 2 - Esquema de geopolimerização proposto por P. Duxsol.



Fonte: Adaptado: Duxson *et al*, 2006.

Todos os estágios de geopolimerização ocorrem de forma simultânea, no entanto, é na etapa de dissolução que é visível alguns comportamentos relevantes para se avaliar a trabalhabilidade, como: expansão química, endurecimento, retração a seco, liberação de calor e perda de umidade. O processo de geopolimerização na metacaulinita estabelece alguns fatores de influência, sendo o grau de polimerização, alcalinidade da solução alcalina, concentração molar, moagem e granulometria do

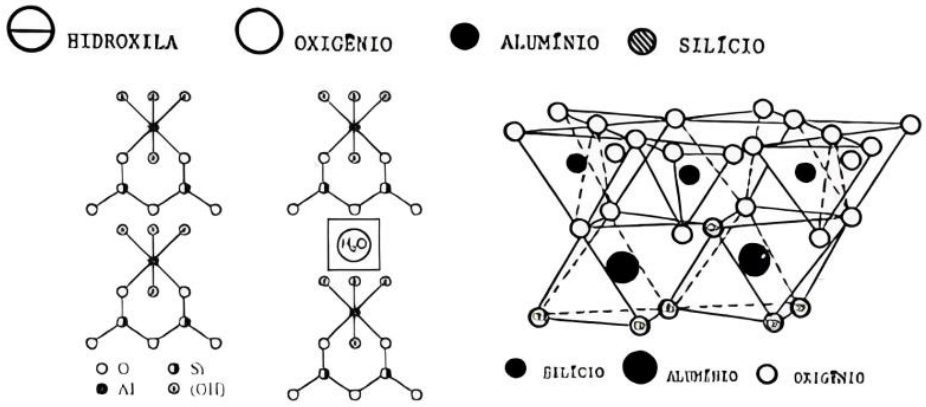
metacaulim e temperatura dos componentes de síntese, os principais elementos que podem interferir na geopolimerização (Zhu e*t al*, 2022).

4.4. Matérias-primas

4.4.1. Caulim

O caulim é o termo comercial empregado para uma argila de coloração branca composta essencialmente pelo argilomineral caulinita, que é formada por silicatos de alumínio hidratados. A caulinita pertence à família dos filossilicatos, e apresenta uma estrutura em lamelas, com empilhamento regular de 1:1, alternando uma camada de SiO_4 e outra de $Al_2(OH)_6$, como destacado na figura 3. Por se tratar de uma estrutura cristalina dotada de moléculas de água, o caulim apresenta alta plasticidade. É utilizado aditivo e adsorvente na indústria de celulose, farmacêutica e de tintas, devido sua composição química, estrutura e alvura quase totalmente branca (Brigatti; Galan; Theng, 2013; Carretero, 2020).

Figura 3 - Estrutura da caulinita.



Fonte: Souza, 2021.

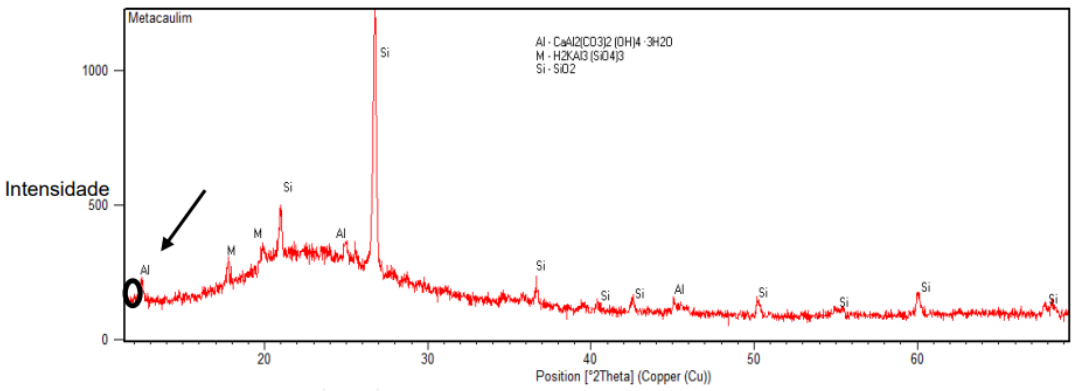
Ao extrair o caulim, pode-se obter o caulim primário e o caulim secundário. O caulim primário é extraído da alteração das rochas "*in situ*", possuindo algumas impurezas como mica e feldspato. Já o secundário é extraído de poços de água ou nascentes onde se forma a jazida, e apresentam impurezas como oxido de ferro e oxido de titânio. O Brasil detém reservas de extração de caulim em algumas regiões, o que varia sua composição de acordo com a geofísica e geoquímica da jazida de extração (Eldeeb *et al*, 2019).

Há dois tipos de caulins comerciáveis, o caulim caulinítico e o caulim ferrítico, sendo o caulim caulinítico o recomendado para produção e síntese de geopolímeros, por conter uma razão sílica/alumina proporcional, o que favorece a geopolimerização. A partir da desestabilização estrutural ao tratar termicamente o caulim, o material adquiri alta atividade pozolânica, sendo utilizado como ligante na indústria cimenteira, especialmente na produção de cimentos alternativos, como o geopolímero (Cao *et al*, 2021).

4.4.2. Metacaulim

O metacaulim é o produto da calcinação da caulinita, e apresenta alta atividade pozolânica e baixa perda ao fogo. O metacaulim é obtido por meio da reação termoquímica de saída dos radicais de água que conferem a cristalinidade na estrutura da caulinita, na faixa de 650°C a 850°C, tornando sua estrutura amorfa (Sanchez *et al*, 2020). A fase metaestável da caulinita possui alta reatividade, devido desequilíbrio estrutural da caulinita ao ser submetida a altas temperaturas por um período médio de 2 (duas) horas. Para a produção de geopolímeros, o metacaulim é o material precursor ideal devido sua estrutura amorfa dotada de aluminossilicatos, bem como é o mais utilizado devido seu acesso e processabilidade comparado a outras matérias-primas (Onyelowe *et al*, 2023). A figura 4 apresenta o difratograma do metacaulim.

Figura 4 - Difratometria do metacaulim.

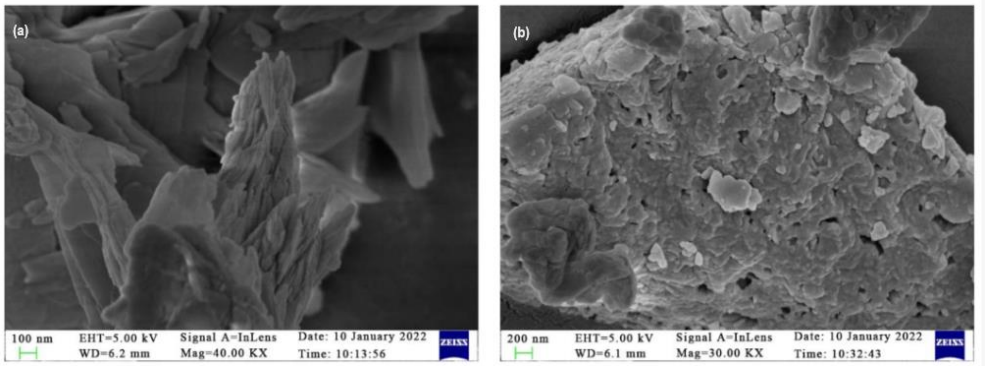


Fonte: Porto, 2019.

Para que ocorra um bom processo de geopolimerização, visando obter um cimento geopolimérico com uma microestrutura densa e compacta, o metacaulim deve

apresentar uma estrutura altamente amorfa. A Difratometria de Raios-X é a técnica capaz de atestar o potencial amorfo do metacaulim, por meio da presença de um halo amorfo entre o 18,5° e 27,8° (Dai *et al*, 2022). Como destacado na figura 4 do estudo de Porto (2019), onde é possível observar um halo amorfo entre 18° e 28°, seguido de picos de sílica e aluminohidrocalcita, característica mineralógica comum de argilominerais calcinados da Amazônia (Maruoka *et al*, 2023). Após o processo de calcinação, o metacaulim apresenta uma morfologia distinta do metacaulim, como apresentado na figura 5.

Figura 5 - Morfologia do caulim (a) metacaulim (b), com um aumento de 30.000x.



Fonte: Cao *et al*, 2022.

O caulim apresenta uma morfologia organizada em lamelas de formatos pseudo hexagonais, com ordenamento contínuo e alta estabilidade. Em contrapartida o metacaulim apresenta desorganização estrutural, e lamelas com um formato desordenado e instabilidade na sua estrutura. Tal mudança apresentada nas micrografias ocorrem pela desidratação da caulinita, que torna sua estrutura amorfa (Kwakye *et al*, 2022).

4.4.3. Resíduos sólidos

Para se produzir geopolímero o material precursor deve apresentar sobretudo alto percentual de sílica e alumina amorfa, tornando o uso de matérias-primas alternativas provindas da agroindústria uma opção sustentável na síntese de geopolímeros (OyebisI *et al*, 2020).

a) Cinza volante:

A cinza volante é um resíduo industrial provindo da queima de biomassa em usinas termoelétricas de geração de energia limpa. Este resíduo apresenta em sua composição em média 61,5% de sílica amorfa, e possui uma morfologia subesférica, com alto potencial hidráulico. Sua fase amorfa é justificada devido seu processo de obtenção que envolve a queima em temperaturas elevadas, lhe conferindo assim, uma estrutura amorfa (Alterary; Marei, 2021).

Diversos engenheiros e cientistas avaliam e aplicam a cinza volante como material precursor em geopolímeros de alto desempenho, por apresentar uma razão Si/Al superior e alta atividade pozolânica quando comparado a outras matérias-primas alternativas, com resultados de resistência a compressão de cerca 47 MPa quando aplicado como concreto geopolimérico (Panda; Dash, 2020; Nikoloutsopoulos *et al*, 2021). No entanto, a cinza volante apresenta limitações quanto ao seu acesso para ser utilizado na produção de geopolímeros, devido à ausência de usinas termoelétricas em totalidade no planeta terrestre, especialmente no Brasil.

b) Escória de alto-forno

A escória de alto-forno é um subproduto do processo siderúrgico de obtenção do ferro gusa. Este subproduto é obtido a partir da formação dos óxidos dos elementos fundentes presentes no alto-forno para a redução do ferro. A escória é expelida do alto-forno no estado líquido e é resfriada de modo abrupto com o auxílio de um jato de água constante, se solidificando instantemente, obtendo assim uma estrutura amorfa. A composição química da escória de alto-forno é composta por CaO e SiO_2, com 56,10% e 24,98% em média respectivamente, devido à natureza química dos elementos fundentes aplicado para reduzir o ferro (Gill; Martínez-pavetti; Monteiro, 2020).

A adição de escória de alto-forno na produção de geopolímero funciona como uma fonte suplementar de cálcio, que forma ligações fortes nos interstícios da rede tetraédricas por meio do mecanismo de dopagem, tornando mais densa e compacta a estrutura. Além de desenvolver o papel de fonte extra de sílica, que eleva a razão Si/Al, obtendo um geopolímero de alto desempenho. O estudo de Porto (2019) obteve uma resistência a compressão de 45 MPa, com adição de 45% de escória de alto-forno em geopolímeros a base de metacaulim. A escória de alto-forno também auxilia

no controle no tempo de pega, devido a sua morfologia regular que controla sua reologia conforme o percentual de adição no cimento geopolimérico (Lucas, 2021).

c) Cinza do bagaço de cana-de-açúcar

A cinza do bagaço de cana-de-açúcar é um resíduo provindo da indústria sucroalcooleira, e é composto por matéria inorgânica composta por sílica e alumina amorfa. A cinza é obtida por meio da queima desse material em caldeiras que produzem os produtos derivados da cana-de-açúcar. Este resíduo possui em sua composição química cerca de 72,12% de SiO_2 em estado amorfo, apresentando alto potencial para uso como material precursor na produção de geopolímeros (Batool; Masood; Ali, 2020).

No Brasil diversos estudos avaliam a aplicação da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na produção de geopolímeros, e obtiveram bons resultados de resistência a compressão, cerca de 170 KPa. Apesar do potencial promissor de aplicação deste resíduo, a má distribuição de indústrias sucroalcooleiras que produzem esse resíduo e a baixa quantidade produzida limitam seu reaproveitamento na produção de geopolímeros. Bem como seu módulo de finura diminui sua atividade pozolânica (Feitosa et al, 2022; Souza, 2023).

4.5. Ativador alcalino

O ativador alcalino consiste em uma solução química de natureza básica composta por hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio que induz o processo de geopolimerização junto ao material precursor, como ligante. O ativador alcalino possui duas funções na geopolimerização: (I) dissolver as ligações de Si-O-Al e equilibrá-las na rede tetraédrica; (II) balancear as cargas da mistura dos metais alcalinos. O hidróxido de sódio é o mais utilizado para compor a solução ativadora, devido seu potencial econômico mais acessível comparado ao hidróxido de potássio. Alguns estudos afirmam que geopolímeros ativados por soluções de hidróxido de potássio possuem um desempenho mecânico superior quando comparado ao hidróxido de sódio, devido o tamanho superior de seu raio atômico, que promove uma microestrutura altamente densa (Giannaros; Kanellopoulos; Al-tabbaa, 2016; Carrasco *et al*, 2019).

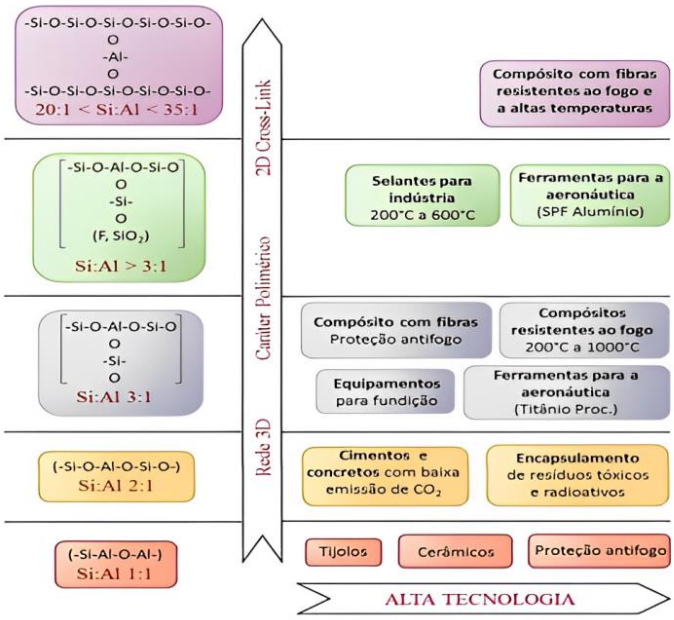
A adição complementar de silicato de sódio ou silicato de potássio na solução ativadora é realizada visando aumentar a razão Si/Al, e multiplicar as ligações Si-O-

Si na estrutura do geopolímero, consideradas mais fortes comparadas as demais ligações formadas no processo de geopolimerização (Davidovits, 2002). Os íons de sódio ou de potássio (Na^+, K^+) reagem com a matéria-prima, como material ligante promovendo a formação dos géis de Si-O-Al, sendo essencial analisar a concentração molar da solução ativadora, para que não haja déficit ou excesso de álcali na solução. Quando há uma quantidade excessiva de álcali na solução, o processo de hidrólise do material precursor ocorre de maneira rápida, impossibilitando a mobilidade dos átomos em meio reacional, o que forma estruturas coaguladas dotadas de defeitos no geopolímero (Xu; Deventer, 2000).

4.6. Aplicações dos geopolímeros

Os geopolímeros são aplicados em diversos setores da indústria da construção civil, aeronáutica e naval. Os geopolímeros apresentam-se como uma nova classe de materiais cerâmicos, sendo classificados como polímeros inorgânicos, de suas propriedades se destacam a sua alta refratariedade, durabilidade, resistência ao gelo-degelo e dureza. Além disso, os geopolímeros apresentam alta resistência mecânica, que é classificada com base na razão Si/Al, como mostra a figura 6 (Lingyu *et al*, 2021). Quanto maior a razão Si/Al, de 1 a 35, maior é a demanda tecnológica para as aplicações (Dehghani; Aslani; Panah, 2021).

Figura 6 - Aplicação dos geopolímeros conforme a razão Si/Al.



Fonte: Valadares, 2019.

Por se tratar de um material alternativo ao cimento *Portland*, os geopolímeros possuem alta durabilidade e inércia química, sendo aplicados como ligante em concretos estruturais e não estruturais. O concreto geopolimérico apresenta ganho de resistência em um curto tempo de cura comparado ao concreto *Portland*, o que o torna apto na fabricação de pré-moldados para peças de pavimentação e painéis de estruturas intertravadas. Revolucionando o mercado na construção civil por se tratar de um material com baixa emissão de CO_2 aliado ao alto desempenho e durabilidade (Elgarahy *et al*, 2023).

Os compósitos geopoliméricos reforçados com fibras sintéticas compõem componentes de aeronaves que possuem alta exposição ao calor, e a impactos. Os compósitos de matriz geopolimérica reforçado com fibras de carbono possuem alta tenacidade e refratariedade, sendo aplicado no revestimento de aeronaves de bases militares de alta tecnologia (Samal *et al*, 2023). Estes compósitos de matriz geopolimérica também compõem o revestimento de tubos de extração de petróleo em bases oceânicas de exploração de petróleo. Por apresentar inércia química, os compósitos geopoliméricos protegem a estrutura dos tubos metálicos contra o processo de corrosão, diminuindo sua manutenção e prolongando o ciclo útil dos tubos (Yusuf *et al*, 2023).

4.7. Estudo de calcinação do metacaulim para produção de cimento geopolimérico

O caulim é um argilomineral que possui uma estrutura altamente cristalina, devido à presença da caulinita dotada de moléculas de água, que mantem a estrutura química do caulim estável. Ao sofrer tratamento térmico, como o processo de calcinação, o caulim tende a apresentar uma estrutura amorfa, resultado da saída dos radicais de água devido à alta temperatura. A instabilidade estrutural presente no caulim, especialmente quando há quartzo (SiO_2), eleva a atividade pozolânica do caulim metaestável, elegendo-o como um material precursor ideal para produção de geopolímeros (Khaled *et al*, 2023).

O grau de geopolimerização está intrinsecamente ligado ao grau de amorfização do metacaulim e sua razão Si/Al. Visando um alto grau de amorfização do metacaulim para a síntese de geopolímeros, Cao *et al* (2022) propôs modelos de

reações termoquímicas de calcinação para o metacaulim conforme a faixa de temperatura de calcinação em relação ao tempo.

$$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 4H_2O \xrightarrow[650°C \sim 850°C\ (0h-2h)]{} Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot nH_2O + 4H_2O \quad \text{(I)}$$

$$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \xrightarrow[650°C \sim 850°C\ (2h-4h)]{} xSiO_2 + Al_2O_3\,(2-x)\,SiO_2 \quad \text{(II)}$$

$$Al_2O_3 \cdot (2-x)\,2SiO_2 \xrightarrow[650°C \sim 850°C\ (4h-\infty)]{} Al_2O_3 + (2-x)\,SiO_2 \quad \text{(III)}$$

Quando o caulim é calcinado entre 650°C a 850°C em um período entre 0 horas (zero) a 2 horas (duas), apresenta um percentual de caulim amorfo, ou seja, metacaulim, suscetível a ser aplicado como precursor na produção de geopolímero. Quando é calcinado entre 2 horas (duas) a 4 horas (quatro) ocorre a formação de metacaulim e um percentual de quartzo referente a fase mulita altamente cristalina, o que interfere no processo de geopolimerização, formando regiões não reagidas com o ativador alcalino, por conta da baixa reatividade na estrutura do metacaulim. Após o período de 4 horas (quatro) de calcinação, há uma quantidade excessiva de fase mulita, e a estrutura tende apresentar um baixo grau de amorfização, se tornando inapta para ser aplicado como precursor na produção de geopolímeros (Davidovits, 2020).

Cao *et al* (2022) apontou a faixa de temperatura de 650°C a 850°C entre 2 (duas) horas a 4 (quatro) no processo de calcinação para a produção de geopolímeros como. Nesta faixa de temperatura o processo de cristalização do caulim por meio do crescimento da fase mulita é indetectável, devido a fase amorfa que torna a estrutura reativa. Wan, Rao e Song (2017) afirmam que a cristalização do caulim inicia a partir de 860°C até 950°C, a formação de cristais na estrutura do material precursor torna baixo a atividade pozolânica, ocasionando uma geopolimerização de baixa efetividade.

Para indicar um metacaulim apto para a produção de geopolímeros, deve-se avaliar seu grau de amorfização, Adekitan e Ayininuola (2017) avaliaram o comportamento térmico de metacaulins calcinados a 700°C e 800°C, por 2 (duas) horas, e concluíram que os metacaulins obtiveram um processo de desidroxilação, por meio da perda mássica de em média 4,14%, indicando uma alta reatividade na estrutura do metacaulim. Resultado similar é previsto para o metacaulim calcinado por

900°C a 2 (duas) horas, em razão da desidroxilação elevada presente no metacaulim calcinado entre 850°C a 900°C, como afirma Conconi *et al* (2020) em seu estudo.

À medida que os parâmetros de calcinação alcançam um valor médio na temperatura de calcinação entre 700°C a 900°C, por 1 (uma) hora a 2 (duas) horas, ou seja, 800°C por 2h, há um desempenho mecânico superior dos geopolímeros comparado aos demais parâmetros de calcinação (Abiodun *et al*, 2019). A resistência mecânica de compressão de cimentos geopoliméricos estão intrinsecamente ligados ao processo de geopolimerização de grande parte do material precursor ao ser ativado com a solução alcalina, no caso, o metacaulim (Davidovits, 2002).

Ayeni, Onwualu e Boakye (2021) avaliaram a resistência a compressão de geopolímeros produzidos com metacaulim calcinado a 700°C por duas horas, e obtiveram 9 MPa de resistência a compressão. Ababneh, Matalkah e Matalkeh (2022) avaliaram a atividade pozolânica do metacaulim calcinado por 800°C a duas horas, e obtiveram uma resistência a compressão de 9,3 MPa, apresentando um valor baixo devido à presença de trióxido de ferro na estrutura do metacaulim. Freire *et al* (2020) determinou a resistência a compressão de geopolímeros produzidos com metacaulim calcinado por cerca de duas horas a 800°C e obtiveram 21 MPa de resistência a compressão. Tal resultado foi atribuído a razão Si/Al, de 1,7, que proporcionou uma maior resistência a compressão comparado ao estudo de Ababneh, Matalkah e Matalkeh (2022). Inocente *et al* (2021) avaliou a reatividade de caulim calcinado a 900°C por cerca de uma hora e obtiveram 13 MPa de resistência a compressão.

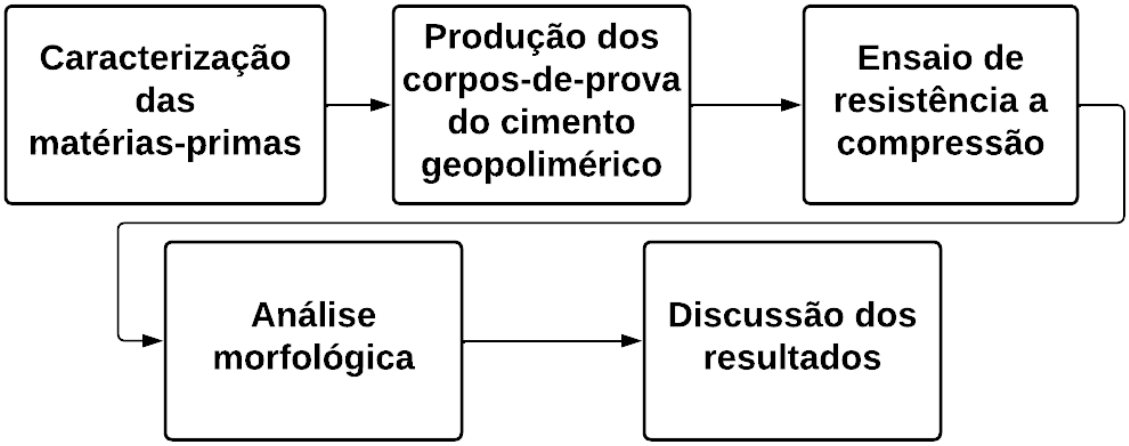
Mediante esses estudos, é possível estabelecer parâmetros de calcinação com o objetivo de investigar o desempenho mecânico de geopolímeros a base de metacaulim da região amazônica com adição de escória de alto forno. Sendo baseado em três temperaturas de calcinação, 700°C, 800°C e 900°C, fixando o período de duas horas.

5 MATERIAIS E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

O presente trabalho foi elaborado com base nas normas e diretrizes que regulam os ensaios e procedimentos experimentais desenvolvidos e consolidados pelo grupo de pesquisa em materiais geopoliméricos da UFPA.

O estudo de calcinação, produção do cimento geopolimérico e ensaio de resistência a compressão foram realizados no Laboratório de Práticas Tecnológicas (LAPTec) da UFPA/CANAN. Já a caracterização morfológica foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACMat) da UFPA/CANAN. A figura 7 destaca o fluxograma as etapas de desenvolvimento do presente trabalho.

Figura 7 - Fluxograma das etapas do trabalho desenvolvido.



Fonte: Autor, 2024.

5.1. Materiais

Os materiais utilizados para a realização do presente estudo foram:

- Caulim *in natura*, como fonte de alumínio (Al) e silício (Si);
- Escória de alto-forno, como fonte de cálcio (Ca);
- Hidróxido de sódio (NaOH), como ativador alcalino;
- Silicato de sódio (Na_2SiO_3), como fonte complementar de Si;
- Água (H_2O), como solvente para a diluição da solução alcalina.

5.1.1. Caulim

O caulim utilizado no presente estudo foi fornecido pela empresa Mineral Mix S.A. A região de extração do caulim aponta a região norte oriental, em termos

geológicos. A granulometria do caulim foi especificada como retida de 100 mesh. A figura 8 destaca o caulim in natura utilizado no presente trabalho.

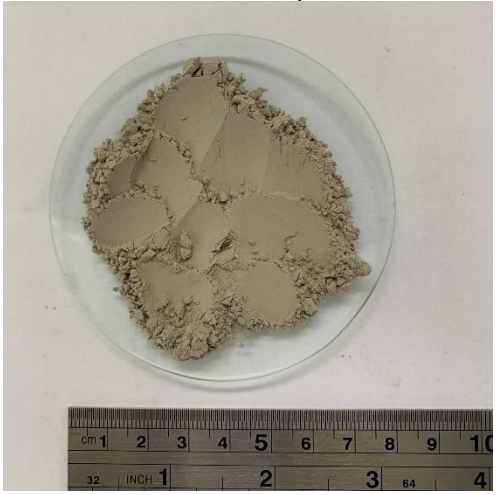
Figura 8 - Caulim *in natura*.

Fonte: Autor, 2024.

5.1.2. Escória de alto-forno

A escória de alto-forno utilizada no presente estudo foi adquirida de forma bruta provinda da Siderúrgica Norte Brasil (SINOBRAS), sudeste do estado do Pará. O beneficiamento da escória de alto-forno consistiu na cominuição da escória em um moinho de jarro da marca MARCONI, modelo model MA500, e em seguida peneirada na peneira de malha 200 mesh, a figura 9 destaca a escória de alto-forno utilizada no presente estudo.

Figura 9 - Escória de alto-forno passante de 200 mesh.



Fonte: Autor, 2024.

5.1.3. Solução alcalina

O hidróxido de sódio utilizado foi da marca êxodo científica, possuindo formato comercial em escamas. Bem como se torna um ativador mais econômico comparado a outros ativadores alcalinos, o que torna mais viável a produção de geopolímeros no presente estudo, A figura 10 apresenta a solução alcalina pronta para a produção de geopolímeros. As especificações do hidróxido de sódio estão destacadas na tabela 1.

Tabela 1 - Especificações químicas do hidróxido de sódio.

Determinação	**Especificações**
Aparência	Escamas
Cor	Brancas
Concentração min.	97,5%
Carbonato de sódio máx.	0,6%
Cloreto de sódio máx.	0,03%
Solubilidade em água	Total

Fonte: Êxodo científica.

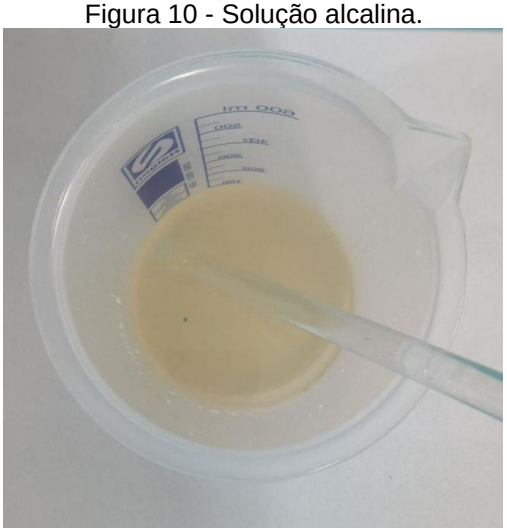
O silicato de sódio, fornecido pela empresa Parquimíca, foi utilizado como fonte suplementar de SiO_2. As especificações técnicas do silicato de sódio estão destacadas na tabela 2.

Tabela 2 - Especificações químicas do silicato de sódio.

Determinação	**Especificações**
Aparência	Viscosa
Cor	Brancas
Voláteis	0%
pH	11 – 13
Na_2O	23 – 26%
SiO_2	56 – 60%
SiO_2/NaO_2	2,8 – 2,4%
Solubilidade em água	Total

Fonte: Parquímica.

Figura 10 - Solução alcalina.



Fonte: Autor, 2024.

5.2. Metodologia experimental

A metodologia experimental se baseou na investigação dos parâmetros de calcinação do caulim *in natura* da Amazônia para avaliar o nível de reatividade como fonte de silício (Si) e alumínio (Al) para a produção de geopolímeros com adição de escória de alto-forno. A partir dessa investigação, foram realizados os seguintes estudos: caracterização física e mineralógica do metacaulim calcinado em três temperaturas distinta, de 700, 800 e 900°C, determinação da resistência a compressão de pastas geopoliméricos com adição parcial de escória de alto forno e a análise morfológica após ensaio mecânico.

5.2.1. Calcinação do caulim

Com base nos estudos de Ayeni, Onwualu e Boakye (2021), Ababneh, Matalkah e Matalkeh (2022) e Inocente *et al* (2021), foi estabelecido três temperaturas de calcinação para obtenção do metacaulim, sendo-as: 700°C, 800°C e 900°C, com o período fixado de 2h de calcinação. Após a determinação dos parâmetros de calcinação a serem investigados, foi separado cerca de 200g para cada variação de temperatura, e distribuído em um cadinho de 550 cm^3 produzido em carbeto de silício, a figura 11 destaca o cadinho. O forno mufla da marca Solidsteel, modelo SSFm – 6,7 L, e capacidade térmica de até 1200 °C, foi utilizado para realizar as calcinações, como destacado na figura 12.

Figura 11 - Cadinho utilizado para a calcinação.

Fonte: Autor, 2024.

Figura 12 - Forno mufla.

Fonte: Autor, 2024.

Após a calcinação, os metacaulins calcinados foram separados em depósitos inibidores de umidade, e em seguida, submetidos a testes físicos de perda ao fogo, teor umidade, e mineralógico através de Difratometria de Raios-X.

5.2.2. Testes físicos

Para se avaliar as propriedades físicas de reatividade dos metacaulins obtidos em relação ao caulim *in natura*, foram determinados a perda ao fogo e o teor de umidade.

5.2.2.1. Perda ao fogo

A determinação da perda ao fogo do caulim *in natura* e dos metacaulins obtidos foi realizada conforme procedimento descrido na norma ABNT NBR 17086-6 (2023) Cimento *Portland*: Análise química – Determinação da perda ao fogo. Foi pesado

cerca de 1g de cada material, em duplicata, e colocado em um cadinho, como destacado na figura 13, e calcinado a 950±5ºC no forno mufla marca Solidsteel, com volume de 16L, e capacidade térmica de até 1200 °C, por um período de 50 min, como destacado na figura 14. Após a calcinação, os cadinhos foram colocados em um dessecador comum para resfriar, e logo em seguida foram pesados. A equação abaixo foi utilizada para se obter o percentual de perda ao fogo.

$$PF = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (1)$$

Onde:

PF: perda ao fogo, em percentual (%);

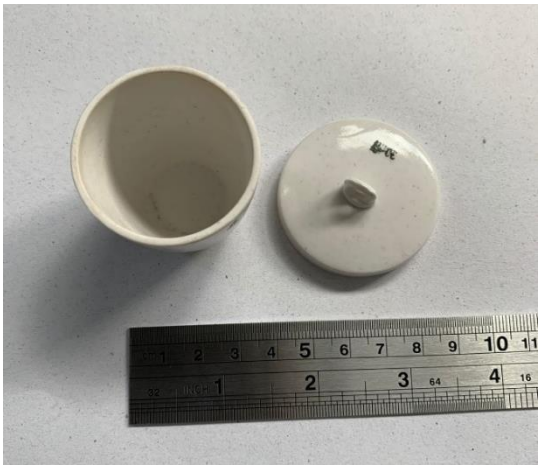
m_1: massa inicial, em gramas (g);

m_2: massa final, em gramas (g);

m: massa total, em gramas (g).

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

Figura 13 - Cadinho utilizado para a determinação da perda ao fogo das matérias-primas.



Fonte: Autor, 2024.

Figura 14 - Cadinho sendo introduzido ao forno mufla para a determinação de perda ao fogo.

Fonte: Autor, 2024.

5.2.2.2. Teor de umidade

A determinação do teor de umidade do caulim *in natura* e dos metacaulins obtidos, foi realizada conforme procedimento descrito na norma ABNT NBR 6457 (2024) Amostras de solo – Preparação para ensaio de compactação e ensaios de caracterização. Foi pesado cerca de 30g de cada material em recipientes metálicos, como destacado nas figuras 15 e 16, em triplicata, e submetido a estufa a 105±5ºC por 24h. Após esse período, os recipientes metálicos foram colocados em um dessecador comum até atingir a temperatura ambiente, e logo em seguida foram pesados. A equação X foi utilizada para se obter o teor de umidade.

$$TU = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100\% \quad (1)$$

Onde:

TU: teor de umidade, em porcentagem (%);

m_1: massa do solo úmido somado a massa do recipiente, em gramas (g);

m_2: a massa do solo seco mais a massa do recipiente, em gramas (g);

m_3: a massa do recipiente expressa, em gramas (g).

Segundo a norma, o valor médio do teor de umidade não deve exceder 0,1%.

Figura 15 - Recipiente metálico e pá de adição de material utilizado para o ensaio de determinação de teor de umidade.

.

Fonte: Autor, 2024.

Figura 16 - Pós de caulins pesados para a determinação de teor de umidade.

Fonte: Autor, 2024.

5.2.3. Difratometria de Raios-X

Para a análise de Difratometria de Raios-X (DRX) foi separado cerca de 10g de caulim *in natura* e dos metacaulins obtidos a 700°C, 800°C e 900°C por 2h, em ampolas de polipropileno (PP) de graduação de 1g/1g. O equipamento que realizou a análise foi o Proto Manufacturing, XRD Powder Diffraction System: gerador de radiação Cu-Kα de 30 kV e 2 mA, passo angular de 0,0149º, intervalo de tempo de 0,5s, varredura de 47 min e variação de 2θ de 5º a 60º. Realizado no laboratório de difratometria de Raios-X do Programa de Pós-graduação em Física da Universidade Federal do Pará. Os dados obtidos foram quantificados pelo *software* Xpert Highscore Plus.

5.2.4. Produção do cimento geopolimérico

Para a produção do cimento geopolimérico, foi inicialmente preparado a solução alcalina, que consiste na diluição do hidróxido de sódio em água, com concentração molar de 10 mol/L, e a adição do silicato de sódio alcalino líquido. Após a preparação da solução alcalina, os metacaulins obtidos nas faixas de 700°C, 800°C e 900°C por 2h, e a escória de alto forno beneficiada foram homogeneizados. A adição de escória de alto-forno foi definida como 10%, sendo os 90% restantes os metacaulins investigados na presente pesquisa, segundo estudos do grupo de pesquisa de materiais geopoliméricos da UFPA. A concentração molar e o percentual de adição parcial de escória de alto-forno foram definidos conforme o estudo de Almeida (2023). A mistura da solução alcalina junto os precursores secos (metacaulim e escória de alto-forno) foi realizada com o auxílio de um misturador de bancada mecânico da marca Fisatom modelo 711S, com velocidade de rotação de 300 RPM.

O cimento geopolimérico foi moldado em moldes metálicos cilíndricos de dimensões 2,5Φx5 cm, conforme procedimento descrido na norma ABNT NBR 5738 (2015) Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpos-de-prova, o molde utilizado está destacado na figura 17. Após o processo de moldagem, destacado na figura 18, os 15 corpos-de-prova, 5 unidades de cada variação térmica de obtenção do metacaulim, foram curados a temperatura ambiente, chegando à idade de cura de 7 (sete) dias.

Figura 17 - Molde metálico utilizado para a produção dos corpos-de-prova de resistência a compressão.

Fonte: Autor, 2024.

Figura 18 - Corpos-de-prova de cimento geopolimérico moldados.

Fonte: Autor, 2024.

Cada cimento geopolimérico foi codificado com base na temperatura de calcinação dos metacaulins obtidos, como destacado na tabela 3.

Tabela 3 - Codificação do cimento geopolimérico em relação a temperatura de calcinação do metacaulim.

CIMENTO GEOPOLIMÉRICO	
Código	**Temperatura de calcinação do metacaulim (°C)**
CG700	700
CG800	800
CG900	900

Fonte: Autor, 2024.

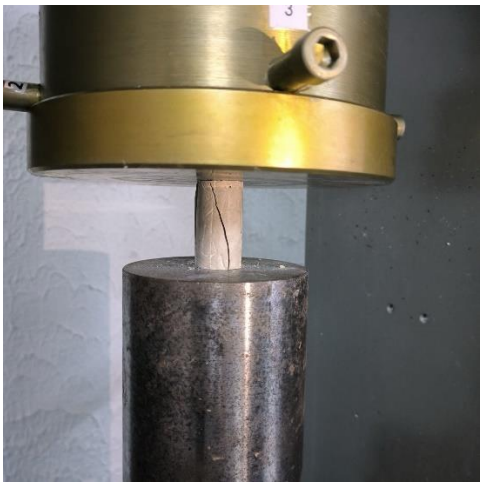
5.2.5. Ensaio de compressão axial

Para a determinação da resistência a compressão axial do cimento geopolimérico, os corpos-de-prova cilíndricos seguiram as diretrizes da norma ABNT NBR 5739 (2018) Concreto – Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos e foi realizado em uma prensa servo-hidráulica da marca CONTENCO, modelo I-3025-B, como destacado na figura 19, com capacidade máxima de carga de 100 toneladas, usando uma taxa de carregamento igual a 3 MPa/s.

Figura 19 - Prensa hidráulica utilizada para determinação de resistência a compressão.

Fonte: Autor, 2024.

Figura 20 - Corpo-de-prova fratura após o ensaio de resistência a compressão.



Fonte: Autor, 2024.

5.2.6. Microscopia óptica

Para analisar a fratura dos cimentos geopoliméricos, os fragmentos dos corpos-de-prova foram submetidos a microscopia óptica. O microscópico óptico utilizado para a obtenção das imagens foi o Microscópio Estereoscópio Binocular Zoom 1x ~ 4x Aumento 10x da marca EVEN com câmera acoplada, como destacado na figura 13.

Figura 21 - Microscópico óptico utilizado para a análise da fratura do cimento geopolimérico.

Fonte: Autor, 2024.

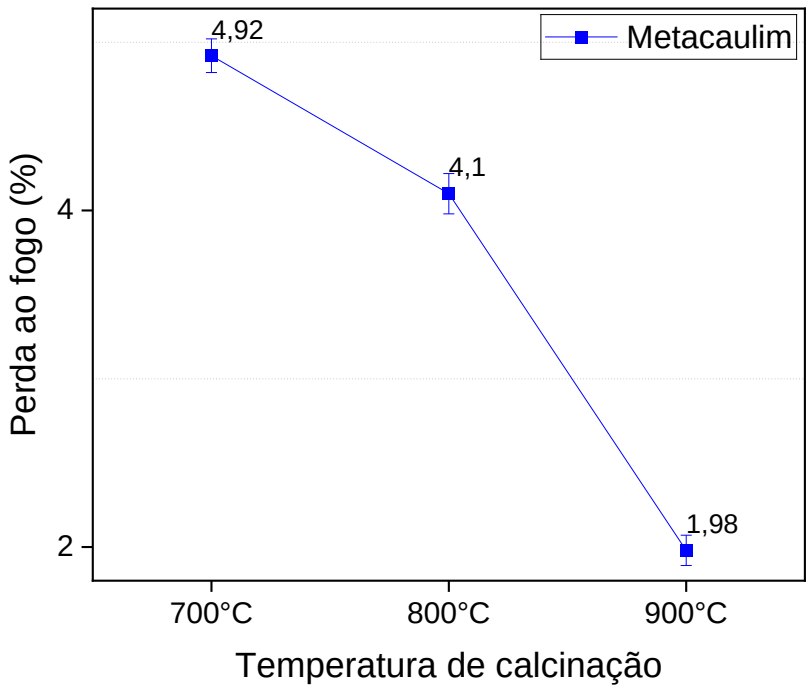
6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1. Testes físicos

6.1.1. Perda ao fogo

A figura 22 destaca a perda ao fogo do metacaulim obtido a 700°C, 800°C e 900°C por 2h. A análise física de perda ao fogo indica a quantidade em percentual de matéria volátil que há em um material inorgânico.

Figura 22 - Perda ao fogo dos metacaulins.



Fonte: Autor, 2024.

O metacaulim obtido a 700°C apresentou uma perda ao fogo de cerca 5%, o que indica ainda a alta presença de hidroxila e material volátil em sua estrutura. O metacaulim obtido a 800°C resultou em uma perda ao fogo de cerca 4%, o que propõem a diminuição na presença de moléculas de água e aumento da instabilidade estrutural, como também encontrado no estudo de Almeida (2023). Já o caulim calcinado a 900°C, obteve uma perda ao fogo de cerca 2%, devido a possibilidade da existência de fase mulita e da perda predominante das moléculas de água presentes na estrutura do caulim (Silva *et al*, 2021).

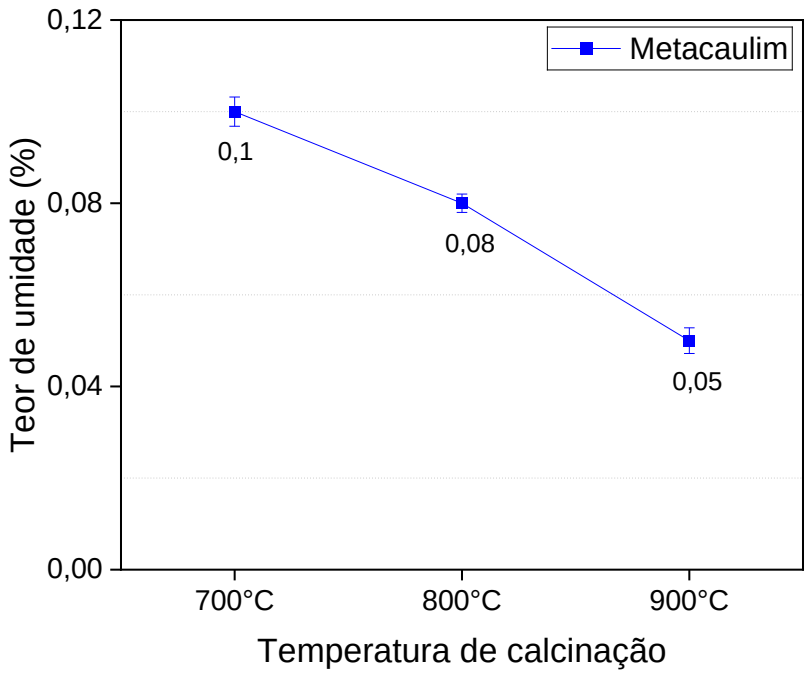
A reatividade dos caulins cauliníticos estão intrinsecamente ligados a perda estrutural das hidroxilas presentes no caulim a temperatura ambiente, o que lhes

conferem instabilidade estrutural, devido a amorfização. A atividade pozolânica, ideal para a promover a reação de geopolimerização, ocorre quando não há um grande percentual de água e matéria orgânica de qualquer natureza (Santana *et al*, 2021). Dessa forma, uma perda ao fogo ideal para torna o caulim em sua fase metaestável, obtendo um material reativo para ser utilizado como precursor na produção de geopolímeros sem atingir a sua fase mulítica, é de 800°C a 2h, com 4%, como encontrado no presente estudo.

6.1.2. Teor de umidade

A figura 23 destaca a perda ao fogo do metacaulim obtido a 700°C, 800°C e 900°C por 2h. A análise física de teor de umidade indica o percentual de água livre presente na estrutura do metacaulim.

Figura 23 - Teor de umidade dos metacaulins.



Fonte: Autor, 2024.

O metacaulim obtido a 700°C apresentou uma umidade de cerca 0,16%, apresentado queda no teor de umidade ao eleva a temperatura de calcinação, obtendo assim 0,08% e 0,04% nos metacaulins obtidos a 800°C e 900°C, respectivamente. Almeida (2023) obteve 0,11% em um metacaulim obtido a 850°C por 2h, dentro dos parâmetros da norma de execução do ensaio, quanto ao percentual

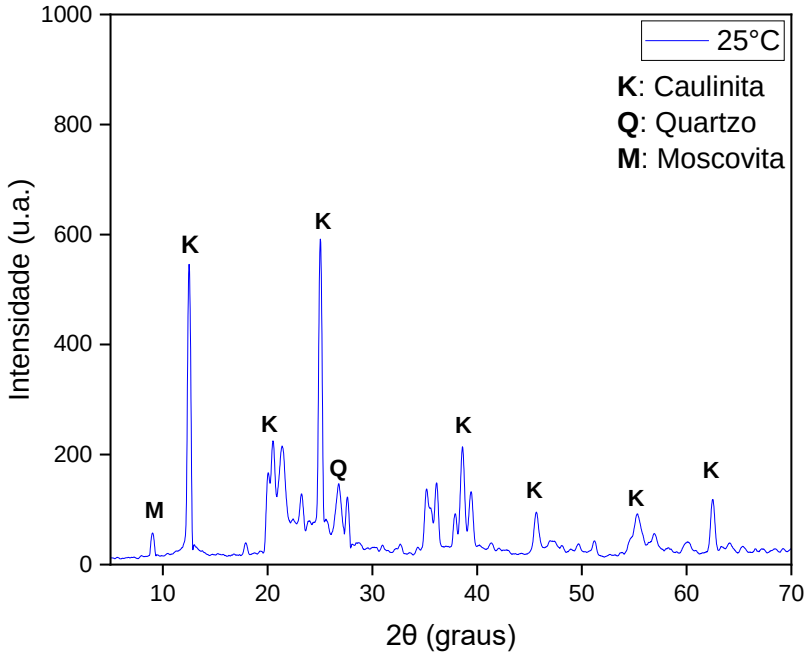
de umidade, de 0,1%. Ao elevar a temperatura de calcinação, o percentual de água livre na estrutura do metacaulim é reduzido, devido o severo processo de desidroxilação ao atingir a fase metaestável, elevando sua reatividade, como é encontrado no metacaulim obtido a 800°C, com um valor médio favorável. O metacaulim obtido a 900°C apresentou menor teor de umidade devido a presença de fase mulita, que apresenta ausência de moléculas de água, no entanto possui caráter cristalino, que diminui a atividade pozolânica, segundo Cao *et al* (2022), tornando desfavorável para a produção de geopolímeros.

6.2. Caracterização microestrutural

6.2.1. Difratometria de Raios-X

A figura 24 apresenta o difratograma do caulim *in natura*.

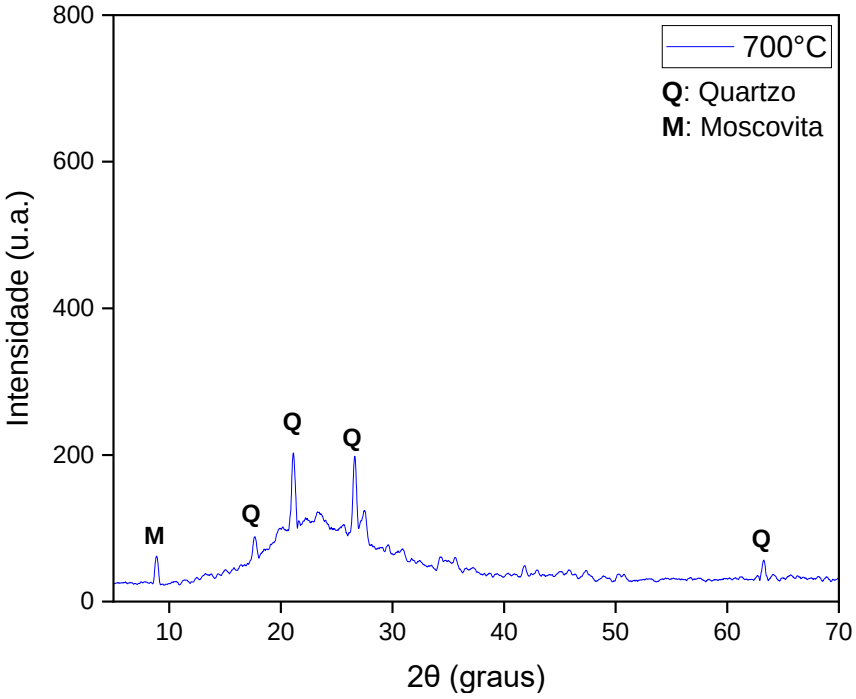
Figura 24 - Difratograma do caulim *in natura*.



Fonte: Autor, 2024.

O caulim a 25°C apresenta um comportamento estrutural altamente cristalino, com dois picos evidenciados entre 10 e 30°. Os picos de caulinita indicam a elevada presença de alumínio e silício coordenados por átomos de hidroxila, o que os conferem cristalinidade. Silva *et al* (2021) afirma que a alta presença de aluminossilicatos indica um bom processo de geopolimerização, o que resulta em um material com alto desempenho mecânico devido a estrutura compacta e densa. A figura 25 apresenta o difratograma do caulim calcinado há 700°C por 2 horas.

Figura 25 - Difratograma do caulim calcinado a 700°C por 2 horas.

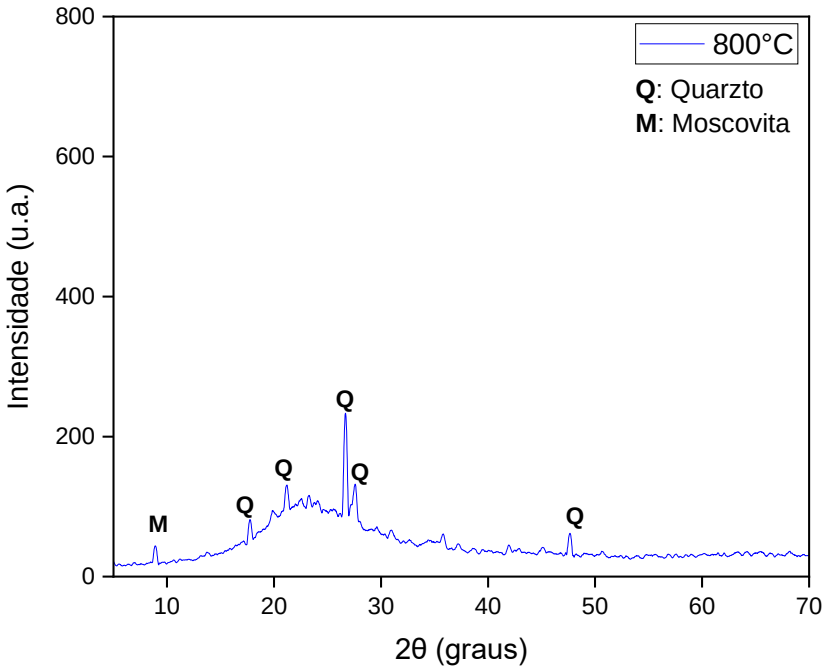


Fonte: Autor, 2024.

Entre 18° e 27° há a presença de picos de quartzo, seguido da presença de um halo amorfo. Também é presente no difratograma um pico de moscovita, entre 5° e 10°. A existência de quartzo e moscovita é bem comum em caulins que apresentam uma alta pureza de caulinita (He *et al*, 2021). A presença de picos de quartzo com uma intensidade modesta indica que houve a transformação do caulim para sua fase metaestável, ou seja, obteve-se o metacaulim. Em estudos de transformação de fase de caulins utilizados para produção de geopolímeros, a presença de um halo amorfo no comportamento cristalográfico do material indica que houve transformação para metacaulinita, essencial para síntese de geopolímeros, devido à alta atividade pozolânica (Medeiros; Raisdorfer; Hoppe, 2017).

Adekitan e Ayininuola (2017) estudaram diversas temperaturas e tempo de calcinação de um caulim altamente caulinitíco, por meio da técnica de termogravimetria, e indicaram 700°C por duas horas como o ideal para se obter uma alta atividade pozolânica, devido presença de sílica e alumina amorfas. Tal comportamento indica que há um processo de geopolimerização favorável com o caulim calcinado adotando esse parâmetro. A figura 26 apresenta o difratograma do caulim calcinado a 800°C por duas horas.

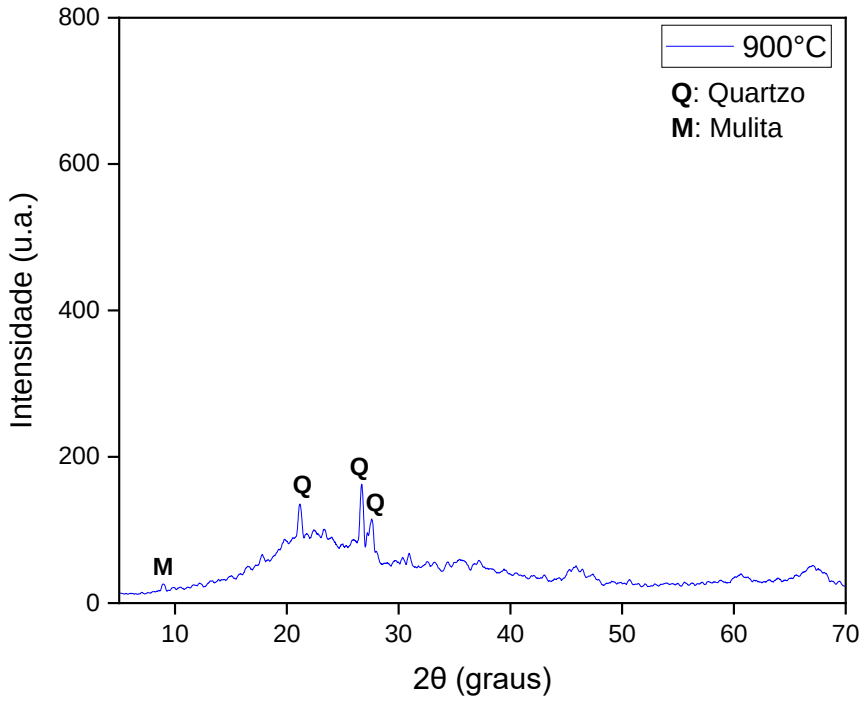
Figura 26 - Difratograma do caulim calcinado a 800°C por 2 horas.



Fonte: Autor, 2024.

A presença do halo amorfo indica a alta reatividade presente no caulim calcinado a 800°C por duas horas. Entre 26° e 29° há um pico acentuado de quartzo, o que indica de modo semiquantitativo a alta presença de sílica, o que favorece a promoção de um processo de geopolimerização favorável para um bom desempenho mecânico dos geopolímeros. Davidovits (1988) afirma que um material precursor rico em quartzo aliado a uma estrutura amorfa estimula a promoção de uma microestrutura densa com poucos poros nos geopolímeros. Abiodun *et al* (2019) estudaram o processo de calcinação do caulim calcinado a 800°C por duas horas e apontou o pico de sílica e sua influência da densificação da microestrutura em materiais alcáli ativados. Com isso, tal parâmetro indica uma geopolimerização superior devido a maior presença de sílica amorfa, o que resulta, possivelmente, em um desempenho mecânico superior. A figura 27 apresenta o difratograma do caulim calcinado a 900°C por duas horas.

Figura 27 - Difratograma do caulim calcinado a 900°C por 2 horas.



Fonte: Autor, 2024.

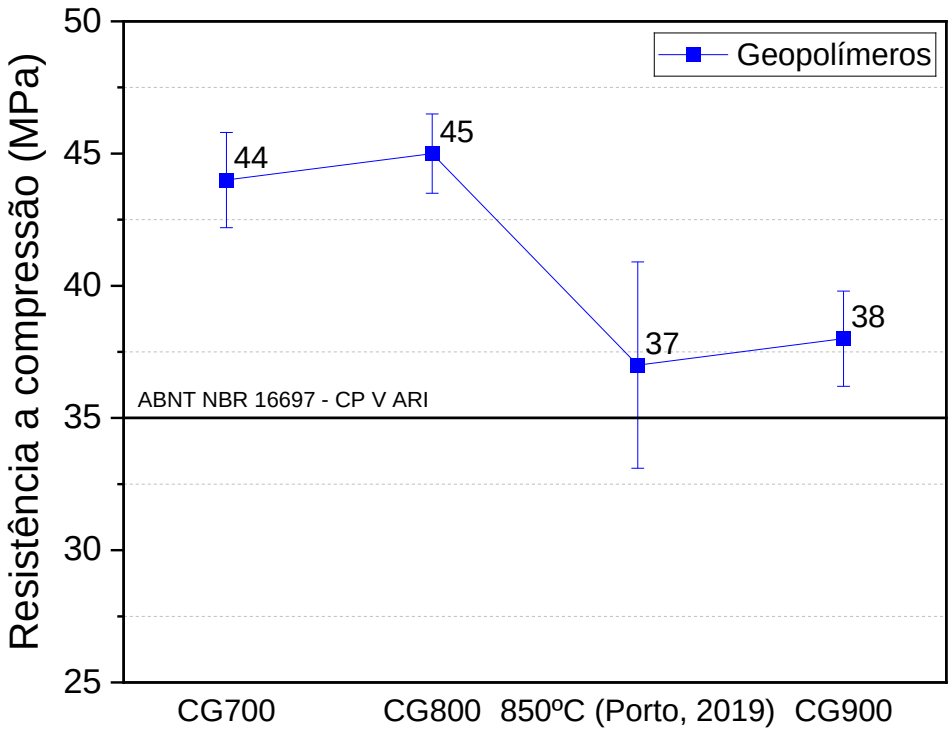
O caulim calcinado a partir de 900°C apresenta um perfil altamente amorfo, comprovado com a presença do halo amorfo entre 20° e 29° no difratograma. No entanto, entre 8° e 10° há um pico isolado de mulita, o que não é favorável para o processo de geopolimerização. O início da formação da fase mulita no caulim consiste na reorganização da estrutura em uma rede aluminosilicosa estável, o que dificulta e diminui o potencial de reação, formando uma microestrutura dotada de defeitos que são nocivos ao desempenho mecânico do geopolímero (Conconi *et al*, 2020; Maruoka *et al*, 2023). O estudo de Zhang *et al* (2020) afirma que a presença da fase mulita torna o caulim não suscetível a síntese, especialmente para ser utilizado como material precursor de geopolímeros, mesmo que haja quartzo amorfo na estrutura.

Com isso, dentre as temperaturas que possuem potencial para serem adotadas como parâmetro de calcinação do caulim para produção de geopolímeros, o parâmetro de 800°C por duas horas se mostra superior, em razão do potencial reativo e da elevada presença de sílica amorfa, como analisado na difratometria.

6.3. Resistência a compressão uniaxial

A figura 28 destaca a resistência a compressão dos cimentos geopoliméricos produzidos com metacaulins obtidos a 700°C, 800°C e 900°C por 2h, com a idade de 7 (sete) dias.

Figura 28 - Resistência a compressão das pastas geopoliméricas.



Fonte: Autor, 2024.

O geopolímero CG800 apresentou uma resistência a compressão superior, cerca de 45 MPa, comparado as demais variações analisadas. O cimento geopolimérico CG700 apresentou resistência a compressão estatisticamente similar, dentro do desvio padrão, a CG800, sendo 2,2% menor, com 44 MPa. Já o CG900 apresentou uma queda no desempenho mecânico, sendo 15,5% menor comparado as duas variações analisadas, com 38 MPa. O cimento *Portland* de alta resistência inicial, do tipo V, deve apresentar uma resistência a compressão mínima de 35 MPa com sete dias de cura segundo ABNT NBR 16697 (2018), o que já é superado em termos de desempenho mecânico pelo cimento geopolimérico nas três variações de temperatura de calcinação no presente estudo do principal material precursor do geopolímero, o metacaulim.

A alta quantidade de sílica amorfa presente no caulim calcinado do CG800 promoveu um processo de geopolimerização bem sucedido, resultando em uma microestrutura densa e consequentemente mais resistente. Davidovits (2002) afirma que uma alto percentual de gel supersaturado de ligações do tipo Si-O-Si gerados no processo de síntese, resulta em um material com elevado desempenho mecânico. Ababneh, Matalkah e Matalkeh (2022) produziram geopolímeros com metacaulim obtido a 800°C por 2h, e obtiveram uma resistência média de 10 MPa, e atribuíram

esse resultado a presença de impurezas de óxidos de ferro e titânio, já Freire *et al* (2020) obteve 13 MPa de resistência a compressão produzindo geopolímeros em parâmetros similares de calcinação. Ambos resultados são inferiores a resistência a compressão obtida no presente estudo, cerca 45 MPa. Tal resultado é explicado por dois fatores: a presença de óxido de cálcio, provinda da adição de escória de alto forno, que promove a interação de cátions de cálcio livres na solução de poros na estrutura do metacaulim, rico em aluminossilicatos, induzindo a formação de hidratados de silicato de cálcio, tornando a microestrutura densa e compacta e a alta presença de quartzo amorfo comprovado na figura 4 (Yip; Lukey; Deventer, 2005).

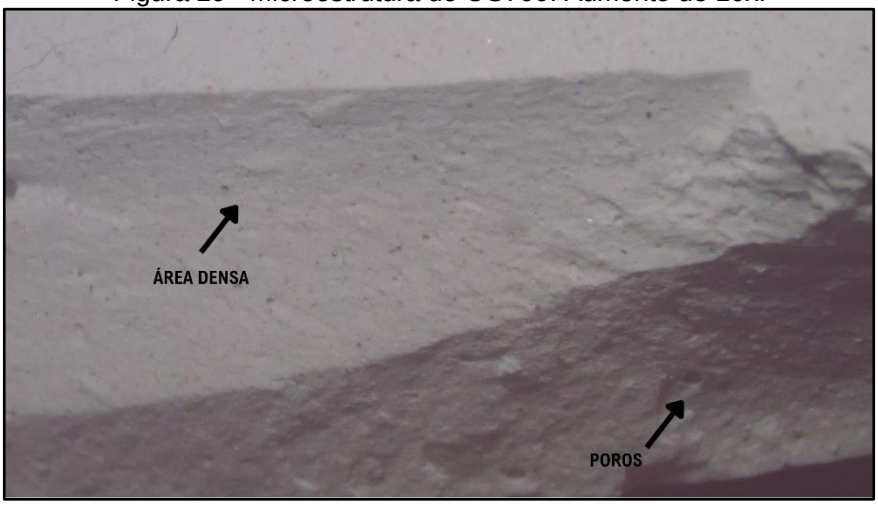
Cao *et al* (2022) também afirmam que a síntese de geopolímeros com metacaulins obtidos 700°C a 800°C possuem um alto desempenho mecânico devido a estrutura e composição mineralógica. Tal estudo explica a elevada resistência a compressão do CG700, que obteve um desempenho similar estatisticamente ao CG800. O caulim calcinado a 900°C por duas horas apresenta em sua estrutura fases de mulita, o que resultou na baixa resistência a compressão do geopolímero. Maruoka *et al* (2022) afirma que o surgimento de material não reagido na estrutura do geopolímero está atribuído a estabilidade estrutural do caulim, o que ocorre com a presença da fase mulita, reduzindo seu potencial mecânico.

O estudo de Porto (2019) avaliou a resistência a compressão de cimentos geopoliméricos com metacaulim obtido a 850ºC por 2h, com adição de escória de alto-forno, e obteve uma média de 37 MPa. Resultado inferior comparado ao presente trabalho, que obteve 15% de aumento de resistência a compressão comparada ao estudo de Porto (2019), utilizando metacaulim obtido a 800ºC por 2h. Tal diferença pode estar atrelada a razão Si/Al no processo de geopolimerização do metacaulim obtido (Abiodun *et al*, 2019).

6.4. Análise morfológica da pasta geopolimérica

A figura 29 apresenta a microestrutura do cimento geopolimérico produzido com o metacaulim obtido a 700°C por 2h.

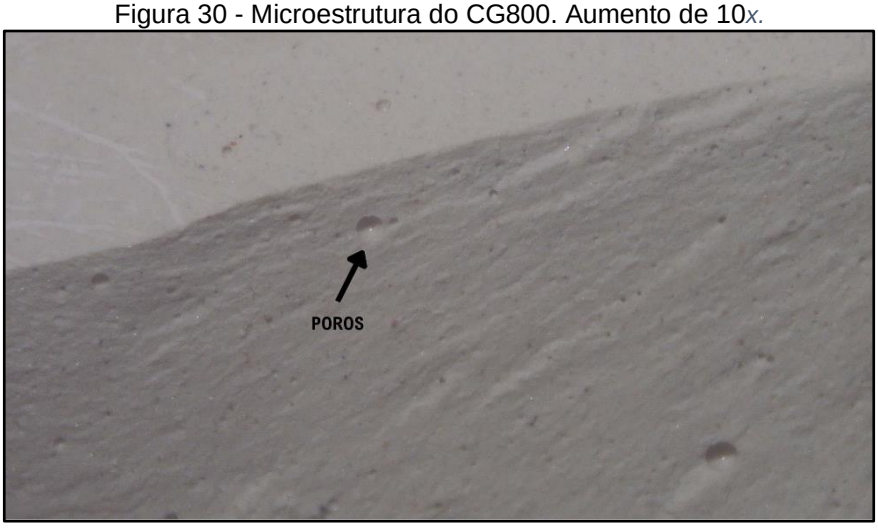
Figura 29 - Microestrutura do CG700. Aumento de 10x.



Fonte: Autor, 2024.

A microestrutura revela um material com áreas compactas, indicando maior rigidez, no entanto é claro a presença de poros e regiões de alto relevo que indicam porções de material não reagido. A presença de áreas de materiais que não foram sintetizados junto ao meio alcalino enfraquece a estrutura dos geopolímeros, gerado pelo surgimento de pontos de tensão. Corrêa (2021) analisou microscopicamente geopolímeros com adição de escória, e atribuiu a presença de poros a não reatividade das matérias-primas. A figura 30 apresenta a microestrutura do cimento geopolimérico produzido com o metacaulim obtido a 800°C por 2h.

Figura 30 - Microestrutura do CG800. Aumento de 10*x.*

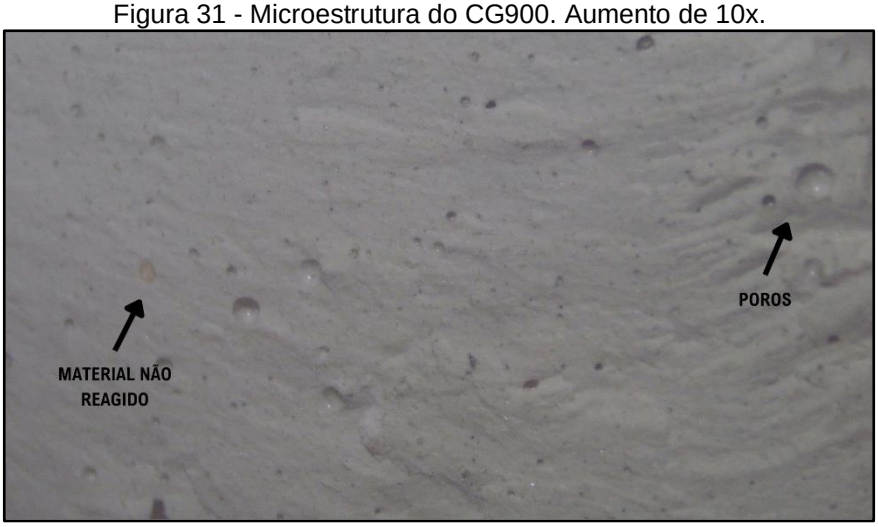


Fonte: Autor, 2024.

A microestrutura revela uma morfologia com áreas compactas, pouca porosidade e baixo relevo, o que indica uma estrutura que obteve uma geopolimerização efetiva. A alta reatividade presente na estrutura do metacaulim

catalisa a geopolimerização, formando uma estrutura densa e com baixo número de poros (Davidovits, 2013). Lucas (2021) estudou a microestrutura de geopolímeros com adição de escória de alto forno, e apontou uma estrutura compacta e com baixa porosidade, utilizando metacaulim obtido na faixa entre 800°C a 900°C por duas horas. Com isso, a densificação dessa estrutura resulta em um alto desempenho mecânico, como encontrado no presente estudo. A figura 31 apresenta a microestrutura do cimento geopolimérico produzido com o metacaulim obtido a 900°C por 2h.

Figura 31 - Microestrutura do CG900. Aumento de 10x.



Fonte: Autor, 2024.

A microestrutura apresenta uma morfologia com alta porosidade, alto relevo e baixa compactação. A presença da fase mulita diminui a reatividade do metacaulim, que ao ser submetido a síntese forma um produto com material não reagido, enfraquecendo sua estrutura. Zhang *et al* (2020) indica que a presença de mulita em cimentos geopoliméricos promovem uma estrutura dotada de porosidade, o que o reduz a resistência mecânica, como contestada no presente estudo. Outro fator que pode influenciar na formação de porosidade é o processo de moldagem, atrelado ao processamento do geopolímero.

7 CONCLUSÃO

O metacaulim obtido nas temperaturas de 700, 800 e 900°C por 2 horas apresentaram resultados de perda ao fogo e teor de umidade consistentes com a literatura. A análise mineralógica apresentou os minerais característicos do caulim, e de cada metacaulim obtido nas temperaturas propostas, bem como o halo amorfo característico da metacaulinita entre 18° e 28°. As pastas geopoliméricas produzidas com o metacaulim obtido a 700, 800, 900°C por 2 horas apresentaram resultados de resistência a compressão superiores, com 44, 45 e 38 MPa, respectivamente, em comparação a norma ABNT NBR 16697 (2018), que regula os ensaios de resistência a compressão do cimento *Portland* de alta resistência inicial, do tipo V, na qual deve apresentar um valor mínimo de 35 Mpa com 7 dias de cura. A análise morfológica do CG700 e CG800 apresentaram uma superfície compacta e densa comparado ao CG900, que apresentou uma morfologia porosa e com material reagido, atrelado à menor reatividade do metacaulim obtido a 900°C por 2 horas.

8 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o potencial do metacaulim obtido a 800°C na produção de argamassas e concreto geopolimérico;
- Avaliar outros parâmetros de calcinação variando o tempo em relação a temperatura de 700 a 800°C;
- Analisar por microscopia eletrônica de varredura os cimentos geopoliméricos produzidos com 700, 800 e 900°C.

REFERÊNCIAS

ABABNEH, Ayman; MATALKAH, Faris; MATALKEH, Bisher. Effects of kaolin characteristics on the mechanical properties of alkali-activated binders. **Construction and Building Materials**, v. 318, p. 126020, 2022.

ABIODUN, Yetunde O. et al. Mineralogical Properties of Kaolin and Metakaolin from Selected Areas in Nigeria and Its Application to Concrete Production. **West Indian Journal of Engineering**, v. 42, n. 1, 2019.

ABNT NBR 16697. Cimento *Portland* – Requisitos. **Ass. Bras. Normas Técn., Rio de Janeiro.** 2018.

ABNT NBR 5738. Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpos-de-prova. **Ass. Bras. Normas Técn. Rio de Janeiro.,** 2003.

ABNT NBR 5739. Concreto – Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. **Ass. Bras. Normas Técn., Rio de Janeiro.** 2018.

ABNT NBR 6457. Amostra de Solo - Preparação Para. de Compactação e Ensaios de Caracterização. **Ass. Bras. Normas Técn. Rio de Janeiro.,** 2024.

ABNT, NBR 17086-6,“Análise química: determinação de perda ao fogo”. **Ass. Bras. Normas Técn., S. Paulo**, 2023.

ADEKITAN, Olasunkanmi A.; AYININUOLA, Gbenga M. Optimizing the thermal treatment of Abeokuta kaolin (south-west Nigeria) for production of natural pozzolan. **African Journal of Science, Technology, Innovation and Development**, v. 9, n. 4, p. 361-365, 2017.

ALMEIDA, Bianca Mendes. **Estudo das propriedades mecânicas e microestruturais de materiais cimentícios geopoliméricos produzidos a partir de metacaulim e escória de alto forno**. 132 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2023.

ALTERARY, Seham S.; MAREI, Narguess H. Fly ash properties, characterization, and applications: A review. **Journal of King Saud University-Science**, v. 33, n. 6, p. 101536, 2021.

ALVES, Lais Amaral et al. A bibliographic historical analysis on geopolymer as a substitute for T cement. **Key Engineering Materials**, v. 834, p. 127-131, 2020.

AMRITPHALE, Sudhir Sitaram; BHARDWAJ, Pooja; GUPTA, Rainy. Advanced geopolymerization technology. **Geopolymers and Other Geosynthetics**, v. 10, 2019.

AYENI, Olugbenga; ONWUALU, Azikiwe Peter; BOAKYE, Emmanuel. Characterization and mechanical performance of metakaolin-based geopolymer for sustainable building applications. **Construction and Building Materials**, v. 272, p. 121938, 2021.

BATOOL, Farnaz; MASOOD, Arjumend; ALI, Mehmood. Characterization of sugarcane bagasse ash as pozzolan and influence on concrete properties. **Arabian Journal for Science and Engineering**, v. 45, p. 3891-3900, 2020.

BRIGATTI, Maria Franca; GALAN, Emilio; THENG, B. K. G. Structure and mineralogy of clay minerals. In: **Developments in clay science**. Elsevier, 2013. p. 21-81.

CAO, Rongchuan et al. Study on the activity of metakaolin produced by traditional rotary kiln in China. **Minerals**, v. 12, n. 3, p. 365, 2022.

CAO, Rongchuan et al. Study on the activity of metakaolin produced by traditional rotary kiln in China. **Minerals**, v. 12, n. 3, p. 365, 2022.

CAO, Yubin et al. Recent progress of utilization of activated kaolinitic clay in cementitious construction materials. **Composites Part B: Engineering**, v. 211, p. 108636, 2021.

CARRASCO, Manuel Torres et al. Critical aspects in the handling of reactive silica in cementitious materials: Effectiveness of rice husk ash vs nano-silica in mortar dosage. **Construction and Building Materials**, v. 223, p. 360-367, 2019.

CARRETERO, M. Isabel. Clays in pelotherapy. A review. Part I: Mineralogy, chemistry, physical and physicochemical properties. **Applied Clay Science**, v. 189, p. 105526, 2020.

CONCONI, María Susana et al. Thermal behavior (TG-DTA-TMA), sintering and properties of a kaolinitic clay from Buenos Aires Province, Argentina. **Cerâmica**, v. 65, p. 227-235, 2019.

CORRÊA, Thiago. **Estudo morfológico preliminar de materiais geopoliméricos com escória de alto forno submetidos a altas temperaturas**. 56 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2021.

DAI, Shoushuai et al. Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Metakaolin Geopolymers Based on Orthogonal Tests. **Materials**, v. 15, n. 8, p. 2957, 2022.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymer Chemistry and Applications. 5-th edition. **J. Davidovits.–Saint-Quentin, France**, v. 5, 2020.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymers based on natural and synthetic metakaolin a critical review. In: **Proceedings of the 41st International Conference on Advanced Ceramics and Composites: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 38, Issue 3**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2018. p. 201-214.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymers: inorganic polymeric new materials. **Journal of Thermal Analysis and calorimetry**, v. 37, n. 8, p. 1633-1656, 1991.

DAVIDOVITS, Joseph. years of successes and failures in geopolymer applications. Market trends and potential breakthroughs. In: **Geopolymer 2002 conference**. Saint-Quentin, France; Melbourne, Australia: Geopolymer Institute, 2002. p. 29.

DEHGHANI, Ayoub; ASLANI, Farhad; PANAH, Neda Ghaebi. Effects of initial SiO2/Al2O3 molar ratio and slag on fly ash-based ambient cured geopolymer properties. **Construction and Building Materials**, v. 293, p. 123527, 2021.

DUXSON P.; FÉRNANDEZ- JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J.L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A.; van DEVENTER, J. S. J. Geopolymer Technology: the current state of the art. **Advances in Geopolymer Science & Tecnology**, 2917-2933, 2006.

DUXSON, Peter et al. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 269, n. 1-3, p. 47-58, 2005.

ELDEEB, A. B. et al. Extraction of alumina from kaolin by a combination of pyro-and hydro-metallurgical processes. **Applied Clay Science**, v. 172, p. 146-154, 2019.

ELGARAHY, Ahmed M. et al. Geopolymers as sustainable eco-friendly materials: Classification, synthesis routes, and applications in wastewater treatment. **Separation and Purification Technology**, p. 124631, 2023.

ELMESALAMI, Nouran; CELIK, Kemal. A critical review of engineered geopolymer composite: A low-carbon ultra-high-performance concrete. **Construction and Building Materials**, v. 346, p. 128491, 2022.

FEITOSA, Cristóvão José Diniz et al. Caracterização e aplicação da cinza do bagaço da cana-de-açúcar em misturas de concreto seco. **Revista Principia-Divulgação Científica e Tecnológica do IFPB**, 2022.

FREIRE, Carolina Braccini et al. Influence of the Kaolinite Calcination Conditions on the Compressive Strength of Geopolymer. **KnE Engineering**, p. 1–10-1–10, 2020.

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

GILL, Blanca; MARTÍNEZ-PAVETTI, Belén; MONTEIRO, Magna. Chemical and microstructural characterization of blast furnace slag. **Revista de la Sociedad Científica del Paraguay**, v. 25, n. 2, p. 101-110, 2020.

GILL, Blanca; MARTÍNEZ-PAVETTI, Belén; MONTEIRO, Magna. Chemical and microstructural characterization of blast furnace slag. **Revista de la Sociedad Científica del Paraguay**, v. 25, n. 2, p. 101-110, 2020.

GRIFFITHS, Steve et al. Decarbonizing the cement and concrete industry: A systematic review of socio-technical systems, technological innovations, and policy options. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 180, p. 113291, 2023.

HABERT, Guillaume et al. Environmental impacts and decarbonization strategies in the cement and concrete industries. **Nature Reviews Earth & Environment**, v. 1, n. 11, p. 559-573, 2020.

HE, Yuan et al. Research progress on green synthesis of various high-purity zeolites from natural material-kaolin. **Journal of Cleaner Production**, v. 306, p. 127248, 2021.

INOCENTE, J. M. et al. Production and characterization of high-reactivity metakaolins calcined in flash reactor. **Applied Clay Science**, v. 213, p. 106247, 2021.

KHALED, Ziad et al. Optimization of kaolin into Metakaolin: Calcination Conditions, mix design and curing temperature to develop alkali activated binder. **Ain Shams Engineering Journal**, v. 14, n. 6, p. 102142, 2023.

KIM, Byoungkwan; LEE, Sujeong. Review on characteristics of metakaolin-based geopolymer and fast setting. **Journal of the Korean Ceramic Society**, v. 57, p. 368-377, 2020.

KWAKYE, Ralph et al. Characterization of Metakaolin from Wassa Kaolin and Its Potential as Adsorbent for the Regeneration of Used Engine Lubrication Oil. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2022, 2022.

LINGYU, Tian et al. Durability of geopolymers and geopolymer concretes: A review. **Reviews on Advanced Materials Science**, v. 60, n. 1, p. 1-14, 2021.

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

MARUOKA, Luz MA et al. Effect of thermal annealing on kaolin from the Amazon region, aiming at the production of geopolymer. **Journal of Materials Research and Technology**, 2023.

MEDEIROS, Marcelo Henrique Farias de; RAISDORFER, Janderson William; HOPPE, Juarez. Influência da sílica ativa e do metacaulim na velocidade de carbonatação do concreto: relação com resistência, absorção e relação a/c. **Ambiente Construído**, v. 17, p. 125-139, 2017.

NIKOLOUTSOPOULOS, Nikolaos et al. Physical and mechanical properties of fly ash based geopolymer concrete compared to conventional concrete. **Buildings**, v. 11, n. 5, p. 178, 2021.

ONYELOWE, K. C. et al. Characterization of net-zero pozzolanic potential of thermally-derived metakaolin samples for sustainable carbon neutrality construction. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, p. 18901, 2023.

OYEBISI, Solomon et al. Geopolymer concrete incorporating agro-industrial wastes: Effects on mechanical properties, microstructural behaviour and mineralogical phases. **Construction and Building Materials**, v. 256, p. 119390, 2020.

PANDA, Laxmidhar; DASH, Subhakanta. Characterization and utilization of coal fly ash: a review. **Emerging Materials Research**, v. 9, n. 3, p. 921-934, 2020.

PORTO, A. B. R. **Estudo do concreto geopolimérico a partir de metacaulim da região norte com adição de escória de alto forno**. 69 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

PROVIS, John L.; VAN DEVENTER, Jannie SJ. Introduction to geopolymers. In: **Geopolymers**. woodhead Publishing, 2009. p. 1-11.

RAZA, Ali et al. A scientometric review on mechanical and durability performance of geopolymer Paste: Effect of various raw materials. **Construction and Building Materials**, v. 345, p. 128297, 2022.

SAMAL, Ashis Kumar et al. Applications, Challenges and Opportunities of Geopolymer Materials. **Development of Geopolymer from Pond Ash-Thermal Power Plant Waste: Novel Constructional Materials for Civil Engineers**, p. 227-239, 2023.

SÁNCHEZ, Isabel et al. Evolution of metakaolin thermal and chemical activation from natural kaolin. **Minerals**, v. 10, n. 6, p. 534, 2020.

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

SGARLATA, Caterina et al. Metakaolin addition to improve geopolymerization process and properties of waste clay-based materials. **Solid State Phenomena**, v. 325, p. 137-142, 2021.

SILVA, ACR. **Comportamento do concreto geopolimérico para pavimentação sob carregamento cíclico**. 2006. Tese de Doutorado. Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais-Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.

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

SILVA, Alisson Clay Rios da *et a*l. Fatigue behavior of steel fiber reinforced geopolymer concrete. **Case Studies in Construction Materials**, v. 16, p. e00829, 2022.

SOUSA, Weberton Dantas de. **Caracterização química estrutural do rejeito de caulim da região do Seridó Paraibano**. 2021. 35 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Civil) - Unidade Acadêmica de Ciências e Tecnologia Ambiental, Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar, Universidade Federal de Campina Grande, Pombal, Paraíba, Brasil, 2021.

SOUZA, Juliette Macena de. **Solo estabilizado com cinza do bagaço da cana de açúcar álcali-ativada na pavimentação**. 112 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2023.

THANG, Nguyen Hoc. Geopolymerization: A Review on Physico-chemical Factors Influence to the Reaction Process. **Journal of Polymer & Composites**, v. 8, n. 3, 2020.

VALADARES, Juliane e Silva. **Síntese e caracterização de geopolímeros macroporosos com uso de peróxido de hidrogênio**. Dissertação de mestrado (Construção Civil). Programa de Pós-graduação em Construção Civil. Escola de Engenharia. Universidade Federal de Minas Gerais.

WAN, Qian; RAO, Feng; SONG, Shaoxian. Reexamining calcination of kaolinite for the synthesis of metakaolin geopolymers-roles of dehydroxylation and recrystallization. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 460, p. 74-80, 2017.

XU, H.; DEVENTER, J. S. J V. The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. **International journal of mineral processing**, v. 59, n. 3, p. 247-266, 2000.

YANG, Haihua et al. A comprehensive overview of geopolymer composites: A bibliometric analysis and literature review. **Case Studies in Construction Materials**, v. 16, p. e00830, 2022.

YIP, Ch K.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, Jannie SJ. The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation. **Cement and concrete research**, v. 35, n. 9, p. 1688-1697, 2005.

YUSUF, Hamza Hassan et al. Tackling fat, oil, and grease (FOG) build-up in sewers: Insights into deposit formation and sustainable in-sewer management techniques. **Science of the Total Environment**, p. 166761, 2023.

ZAID, Osama et al. Sustainability evaluation, engineering properties and challenges relevant to geopolymer concrete modified with different nanomaterials: A systematic review. **Ain Shams Engineering Journal**, p. 102373, 2023.

ZHANG, Liang-jing et al. Comparison of microwave and conventional heating routes for kaolin thermal activation. **Journal of Central South University**, v. 27, n. 9, p. 2494-2506, 2020.

ZHI, Xiao; AN, Xiaopeng. Low carbon technology roadmap of China cement industry. **Journal of Sustainable Cement-Based Materials**, v. 12, n. 6, p. 771-774, 2023.

ZHU, Xiuyu et al. Early-stage geopolymerization process of metakaolin-based geopolymer. **Materials**, v. 15, n. 17, p. 6125, 2022.