

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL

Influência da cura térmica em geopolímeros à base de metacaulim

Murilo de Carvalho Maturana

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia Civil da Universidade Federal de São Carlos como parte dos requisitos para a conclusão da graduação em Engenharia Civil

Orientadora: Prof^a Dr^a Fernanda Giannotti da Silva Ferreira

São Carlos, 2023

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família, em especial aos meus pais e à minha irmã.
Por todo amor, apoio e por propiciarem a mim a oportunidade do estudo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por todas as bênçãos em minha vida. Por me guiar pela estrada da vida, concedendo sabedoria, coragem e persistência para realizar meus sonhos.

Agradeço aos meus pais, Denilson e Valéria, por não medirem esforços para me auxiliar na busca de meus objetivos e por todo apoio ao longo de minha trajetória acadêmica. À minha irmã Rafaela, por alegrar meus dias e tonar essa jornada mais leve. Aos meus avós, Odair e Valentina, pelos valiosos conselhos dados com tamanha humildade. À Ana Beatriz, por todo amor, paciência e parceria. E à toda minha família, pela torcida e por se postarem como verdadeiros pilares formadores do meu caráter.

Das incontáveis horas passadas dentro da Universidade, tenho certeza que as mais memoráveis foram ao lado de verdadeiros amigos que caminharam ao meu lado nos momentos de alegrias e tristezas, sempre com muito companheirismo. André Pradebon, Arthur Vasconcelos, Douglas Henrique, Fábio Cartaxo, Gabriele Vilas e Mayumi Isabel, deixo aqui registrado a minha mais sincera gratidão.

Agradeço de forma especial à professora doutora Fernanda Giannotti da Silva Ferreira, pelo exemplo de profissional, por tratar os discentes sempre com muita humanidade e delicadeza e pela orientação no trabalho, despendendo sempre o conhecimento com muita humildade e inteligência.

Agradeço ao técnico José Roberto de Oliveira, por me auxiliar no dia a dia do laboratório, pelas inúmeras conversas nas tardes de trabalho e pelo exemplo de dedicação profissional.

O desenvolvimento do trabalho teve apoio fundamental de Lorayne Cristina da Silva Alves. Agradeço pela orientação, contribuição nas decisões tomadas e pelo auxílio nos ensaios.

Aos demais amigos dos laboratórios LMC e LSE da Universidade Federal de São Carlos, também registro meu agradecimento, em especial ao técnico Ricardo Luiz Canato.

Agradeço também o professor doutor Guilherme Aris Parsekian, orientador de minha iniciação científica, por me possibilitar a vivência e a experiência na realização de ensaios de laboratório e escrita científica, que tornaram o processo de execução deste projeto menos trabalhoso.

Por fim, gostaria de deixar registrado meu agradecimento aos colegas e professores do DECiv UFSCar que de maneira direta ou indireta tenham contribuído para a conclusão do curso de Engenharia Civil.

RESUMO

Geopolímeros são uma alternativa que vem se mostrando interessante frente ao uso de cimento Portland pela potencial redução da emissão de gases de efeito estufa na produção do material. Entretanto, suas características físicas e mecânicas ainda precisam ser mais estudadas e difundidas na literatura. Nesse sentido, o presente trabalho buscou avaliar a resistência à compressão em pasta e argamassa geopolimérica à base de metacaulim submetidas a diferentes tempos de exposição e temperaturas de cura térmica. Para isso, foram elaborados 7 planos experimentais para a pasta e 7 planos experimentais para a argamassa, no qual foram variadas a temperatura de cura e o tempo de exposição a essa temperatura e posteriormente rompidos à compressão para determinação da resistência média. Observou-se uma tendência, em termos gerais, de redução da resistência em função do aumento da temperatura, fator condizente com os resultados descritos na literatura. Além disso, para pasta o melhor resultado foi obtido para os corpos de prova curados a 40°C por 2h, com 28,06 MPa e para a argamassa, o melhor desempenho foi para os corpos de prova submetidos à cura em 60°C por 2h. Concluiu-se, portanto, que a temperatura da cura influenciou diretamente na resistência dos corpos de prova de pasta e argamassa e o tempo de exposição a essa temperatura influenciou na resistência apenas da argamassa.

PALAVRAS CHAVE

Resistência à compressão; Cura térmica; Ligante álcali-ativado; Geopolímeros; Geopolimerização; Metacaulim.

ABSTRACT

Geopolymers are an alternative that has been proving interesting compared to the use of Portland cement due to the potential reduction of greenhouse gas emissions in the production of the material. However, its physical and mechanical characteristics still need to be further studied and disseminated in the literature. In this sense, the present work sought to evaluate the compressive strength of paste and metakaolin-based geopolymeric mortar subjected to different exposure times and thermal curing temperatures. For this, 7 experimental plans for the paste and 7 experimental plans for the mortar were elaborated, in which the curing temperature and the time of exposure to this temperature were varied and subsequently broken under compression to determine the average strength. There was a trend, in general terms, of resistance reduction as a function of temperature increase, a factor consistent with the results described in the literature. Furthermore, for paste, the best result was obtained for specimens cured at 40°C for 2h, with 28.06 MPa and for mortar, the best performance was for specimens cured at 60°C for 2h. It was concluded, therefore, that the curing temperature directly influenced the resistance of the paste and mortar specimens and the exposure time to this temperature influenced the resistance only of the mortar.

KEYWORDS

Compressive strength; Thermal cure; Alkali-activated binder; Geopolymers;
Geopolymerization; Metakaolin.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Resultados experimentais obtidos por Alves (2018).....	17
Tabela 2: Resistência à compressão com 28 dias e variação da temperatura e tempo de cura avaliada por Rovnaník (2010).....	20
Tabela 3: Resistência à compressão em diferentes idades com variação da temperatura avaliada por Huseien et al. (2016)	21
Tabela 4: Traço da pasta e da argamassa geopolimérica	22
Tabela 5: Quantidade em kg/m ³ para produção da pasta.....	23
Tabela 6: Quantidade em kg/m ³ para produção da argamassa.....	23
Tabela 7: Planos experimentais.....	28
Tabela 8: Resistência à compressão das pastas geopoliméricas.....	33
Tabela 9: Resistência à compressão das argamassas geopoliméricas.....	35
Tabela 10: Comparação dos valores de resistência à compressão da pasta com valores de compressão de geopolímeros encontrados na literatura	37
Tabela 11: ANOVA das pastas geopoliméricas	38
Tabela 12: Tukey Pastas - Temperatura	39
Tabela 13: Tukey Pastas – Tempo de cura	39
Tabela 14: ANOVA das argamassas geopoliméricas	40
Tabela 15: Tukey Argamassas – Temperatura.....	40
Tabela 16: Tukey Argamassas – Tempo de cura	41

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Influência do tempo de cura nas resistências à compressão do geopolímero curado em temperaturas elevadas (40, 60 e 80°C).....	19
Figura 2: Influência do tempo de cura nas resistências à flexão do geopolímero curado em temperaturas elevadas (40, 60 e 80 °C).....	19
Figura 3: Desenvolvimento da resistência à compressão de misturas geopoliméricas em diferentes temperaturas de cura.....	20
Figura 4: Curva granulométrica da areia	24
Figura 5: a) pesagem da água; b) pesagem do silicato de sódio; c) materiais pesados e organizados para preparação das soluções.	24
Figura 6: a) recipiente com gelo na capela; b) solução de hidróxido de sódio;	25
Figura 7: a) mistura das soluções; b) armazenagem da solução.	26
Figura 8: a) materiais secos dispostos em recipiente para mistura; b) mistura homogeneizada; c) mistura passada para o béquer para facilitar a moldagem.	27
Figura 9: a) material colocado nos moldes; b) proteção com plástico filme.	28
Figura 10: Corpo de prova desmoldado.	28
Figura 11: a) equipamento para aquecer os CPs; b) aquecimento dos CPs para posterior cura térmica.....	29
Figura 12: a) CPs dispostos em recipiente plástico com temperatura controlada; b) recipientes para cura térmica na estufa; c) embalagem dos CPs após cura térmica.	30
Figura 13: Teste de cura térmica com corpos de prova de pasta fissurados	31
Figura 14: a) CPs classificados; b) CPs armazenados; c) ensaio de determinação da resistência à compressão.....	32
Figura 15: Solução cristalizada	34
Figura 16: Resistência à compressão das pastas geopoliméricas	34
Figura 17: Resistência à compressão das argamassas geopoliméricas	36
Figura 18: Comparação dos valores de resistência à compressão da pasta com valores de compressão de geopolímeros encontrados na literatura	37

SUMÁRIO

1. Introdução	10
2. Justificativa.....	11
3. Objetivos	12
4. Revisão Bibliográfica.....	13
4.1 Definição e aplicações.....	13
4.2 Materiais constituintes	14
4.3 Propriedades e aplicação da cura térmica.....	17
5. Metodologia.....	22
5.1. Caracterização dos materiais	23
5.2. Execução da mistura e moldagem	24
6. Resultados	33
6.1. Resultados da pasta	33
6.2. Resultados da argamassa	35
6.3. Análise comparativa	36
6.4. Análise estatística.....	38
6.4.1. Análise estatística da pasta	38
6.4.2. Análise estatística da argamassa	40
7. Conclusão	42
Referências	44

1. Introdução

O geopolímero mostra-se como uma alternativa viável frente ao cimento Portland, devido às menores taxas de emissão de CO₂, de acordo com Alves (2018). Tal afirmação faz com que seja extremamente importante o estudo de tal material a fim de caracterizá-lo quanto às propriedades físicas e mecânicas, buscando diversificar o uso de aglomerantes, priorizando os que possuem menos nocividade ao meio ambiente.

McLellan *et al.* (2011) afirmam que houve uma diminuição de 44% a 64% nas emissões de gases de efeito estufa quando comparada a produção de cimento geopolimérico a base de cinzas volantes, reafirmando assim o potencial do material quanto à sustentabilidade.

Apesar de tal potencial e de ser um material que possui sua denominação formal datada em 1979, comparado ao cimento Portland, existe pouca literatura que descreve suas propriedades físicas e mecânicas. Frente a isso, o presente trabalho visa pesquisar e disponibilizar informações no que diz respeito à resistência à compressão de pastas e argamassas geopoliméricas submetidas a diferentes temperaturas e tempos de cura.

Tal estudo mostra-se necessário devido à possibilidade de realização de uma cura rápida do material feita com o acréscimo da temperatura, o que seria interessante para aumentar ainda mais a possibilidade de aplicação desse material. Entretanto, é necessário investigar se esse processo altera e/ou prejudica as características da pasta e da argamassa geopolimérica.

2. Justificativa

Considerando o cenário mundial atual, no qual a todo momento busca-se criar alternativas mais sustentáveis frente aos materiais convencionais, os geopolímeros podem se mostrar uma opção viável em relação aos aglomerantes de base puramente cimentícias. Isso ocorre devido ao potencial redução na emissão de CO₂ frente aos materiais à base de cimento Portland (PROVIS, 2014)

Além do potencial ambiental, os geopolímeros mostram-se uma boa escolha de uso em ambientes agressivos, como locais de mineração, sistemas de esgoto, locais próximos ao mar, com alta porcentagem de CO₂ e sulfato, algo que não acontece com o material convencional, utilizando o cimento Portland (LLOYD; RANGAN, 2010a)

Destaca-se também o uso de geopolímeros na indústria de pré-moldados, por conta da boa proteção à armadura de aço do concreto armado, fator decorrente da elevada alcalinidade do material (PROVIS, 2017). Contribui para esse bom desempenho a elevada resistência a compressão, que segundo Aleen e Arumairaj (2012), chega a ser uma vez e meia maior do que um concreto de mesma mistura que tem como base o cimento Portland.

Ainda, acerca dos procedimentos de execução deste material, a temperatura é tida como um catalisador da reação, visto que tal fator influencia no processo de ativação do geopolímero (PALOMO; GRUTZECK; BLANCO, 1999), fazendo com que o controle desse parâmetro seja crucial para a cura do material e para um bom desempenho no que diz respeito a resistência mecânica.

Dado tal potencial, mostrou-se necessário o estudo desses aglomerantes a fim de caracterizá-los quanto às propriedades mecânicas e dar diretrizes ao processo de execução e cura, a fim de potencializar e melhorar o desempenho dos elementos constituídos de geopolímeros. Desse modo, buscou-se responder os seguintes questionamentos: a cura térmica pode contribuir para o aumento da resistência dos geopolímeros? A cura térmica é mais eficiente do que a cura convencional para o ganho de resistência?

3. Objetivos

O estudo teve como objetivo avaliar a influência da cura térmica na resistência à compressão de pasta e argamassa geopoliméricas com 28 dias de idade, variando parâmetros ligados à cura do material, sendo eles temperatura de cura e tempo de exposição à temperatura. Nesse sentido o trabalho buscou objetivamente:

- Analisar comparativamente a resistência de pastas e argamassas geopoliméricas à base de metacaulim, submetidos a diferentes tempos de cura;
- Analisar comparativamente a resistência de pastas e argamassas geopoliméricas à base de metacaulim, submetidos a diferentes temperaturas de cura;
- Avaliar as combinações de parâmetros e identificar os que melhor e pior se adequaram às pastas e argamassas executadas no estudo;
- Comparar os valores obtidos com dados da literatura.

4. Revisão Bibliográfica

4.1 Definição e aplicações

A denominação geopolímero foi introduzida por Davidovits em 1979 e se refere a aglomerantes produzidos por meio da reação entre aluminossilicatos com um ativador alcalino, sendo este geralmente uma solução aquosa concentrada de hidróxido alcalino, silicato, carbonato ou sulfato, atraindo interesse do mercado e de pesquisadores (PROVIS, 2014). Em resumo, Schneider *et al.* (2011) definem geopolímero como sendo um ligante que possui seu endurecimento por meio da ativação de um sólido em meio alcalino.

De acordo com Alves (2018), o endurecimento e ganho de resistência dos geopolímeros se dá através das reações de policondensação, que resultam em redes tridimensionais de aluminossilicatos inorgânicos. Tal reação é dada pela combinação das moléculas de monômero para a formação de um polímero por meio da eliminação de uma molécula de água, álcool ou ácido clorídrico.

Tal tecnologia atrai interesse de pesquisadores e do mercado principalmente pela potencial redução da emissão de gases poluentes, como o CO₂. Van Deventer *et al.* (2012) afirmam que, se formulados de forma otimizada, geopolímeros à base de cinzas volantes, escórias metalúrgicas e pozolanas naturais poderiam reduzir em 80% as emissões de CO₂ associadas a fabricação de cimento.

Um dos aluminossilicatos utilizados na formulação de geopolímeros são as cinzas volantes, material proveniente da queima de combustíveis fósseis (carvão). Lloyd e Rangan (2010) afirmam que em 2007 na Austrália foram produzidas aproximadamente 14,5 milhões de toneladas de cinzas volantes, sendo que apenas 2,3 milhões de toneladas foram utilizadas de forma benéfica, das quais grande parte foram utilizadas em substituição parcial do cimento Portland. Fato este que evidencia o potencial de uso dos geopolímeros, alternativa mais sustentável frente à produção do material convencional.

Além disso, Davidovits (2002), o criador do termo geopolímero, afirma que tais materiais são inorgânicos, duros, estáveis à temperatura até 1250 °C e não são

inflamáveis, fatores que interessaram estudos e inovação acerca do tema. Ainda segundo o autor, desde que a terminologia foi inventada, os usos de geopolímeros foram diversos: sendo usados no setor aeronáutico, nuclear, uso para isolamento térmico na construção civil, fundições e até mesmo na arqueologia.

Um exemplo de obra no qual geopolímeros foram aplicados em grande escala foi a construção do aeroporto regional de Brisbane, na Austrália. Glasby *et al.* (2015) afirma que foram utilizados 40 mil metros cúbicos do material divididos na construção das pistas e edificações do empreendimento.

4.2 Materiais constituintes

Para a produção de geopolímeros podem ser observados três padrões de ativação. Palomo, Grutzeck e Blanco (1999) e Palomo *et al.* (2014) afirmam que o primeiro padrão é o que tem como material base majoritário o silício (Si) e o cálcio (Ca) e o ativador alcalino tem a concentração baixa ou média. Tem-se como exemplo de tal padrão as escórias de alto forno que têm como produto principal o gel de silicato hidratado (C-S-H). Já o segundo padrão, tem em sua composição apenas silício (Si) e alumínio (Al) e é ativado com alta concentração de ativador alcalino, formando como produto final o aluminato de sódio hidratado (N-A-S-H). Destaca-se que o metacaulim e as cinzas volantes em contato com o ativador, são exemplos de materiais que, ao reagirem com o ativador, produzem o aluminato de sódio hidratado. Além desses padrões, os autores afirmam que existe o padrão misto, no qual os componentes citados nos padrões anteriores são misturados, formando assim um material base, em que o ativador é posteriormente adicionado. Tem-se como exemplo a mistura do cimento Portland com as cinzas volantes.

Um dos aluminossilicatos que podem estar na composição desses aglomerantes é o metacaulim, que é um material pozolânico. Materiais pozolânicos são definidos de acordo com a NBR 16697 (ABNT, 2018) como materiais silicosos ou silicoaluminosos que, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com hidróxido de cálcio para formar compostos com propriedades cimentícias.

O metacaulim é um material proveniente da calcinação de argilas caulíníficas, e possui majoritariamente em sua composição SiO_2 e Al_2O_3 na fase amorfa. Tem sido usado na indústria cimentícia, siderúrgica, química e entre outras (Metacaulim do Brasil, 2003). Ressalta-se que na indústria cimentícia, o material é utilizado como adição mineral.

Estudos demonstram que a adição de metacaulim em substituição a parte de cimento Portland melhora o desempenho de várias propriedades mecânicas e químicas (Metacaulim do Brasil, 2003), das quais pode-se citar:

- Resistência à compressão;
- Resistência à tração;
- Módulo de elasticidade;
- Inibição da reação álcali-agregado;
- Resistência ao ataque por sulfatos;
- Resistência à penetração de íons cloretos;
- Absorção de água e porosidade;
- Permeabilidade de água sob pressão;
- Resistividade elétrica;
- Retração por secagem.

Este material pode ser um dos componentes dos geopolímeros, que necessitam ainda das soluções alcalinas para dar origem ao produto final. Segundo Rangan (2014), os líquidos alcalinos são normalmente advindos de metais alcalinos solúveis, como por exemplo o sódio ou potássio, sendo comum utilizar para obtenção de geopolímeros soluções de hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio (Na_2SiO_3), entre outros e até mesmo a combinação dos mesmos em uma única reação.

Segundo Livi (2013), a natureza da solução ativadora pode influenciar na resistência do geopolímero e na quantidade de íons hidroxilas. De acordo com Alves (2018), no caso de cinzas volantes, esses íons irão dissociar os íons Al e Si dos componentes da cinza volante, sendo que a partir das substâncias lixiviadas da

matriz e os íons de sódio (Na^+) do ativador alcalino, ocorre a criação de uma substância amorfa, que tenderá a crescer e endurecer.

Ainda, de acordo com Livi (2013), o aumento da concentração molar resulta em geopolímeros com forte aderência na fase gel e maior resistência mecânica. Entretanto, o excesso de hidroxilas pode causar perda de resistência, levando a crer que existe uma dosagem ótima (PALOMO; GRUTZECK; BLANCO, 1999). Esse aumento na quantidade de hidroxilas, ocasionado pelo aumento de molaridade da solução, faz com que seja necessário maior tempo de cura ou uma temperatura maior de cura para evaporar o excesso de água que fica retido devido à viscosidade elevada, também decorrente do aumento da molaridade, dado o aumento da aderência na fase gel (XU e VAN DEVENTER, 2002 *apud* LIVI, 2013).

Como já citado, são muito utilizadas como soluções ativadoras soluções de hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio (Na_2SiO_3). O hidróxido de sódio, geralmente é um composto sólido encontrado na forma de pérolas e quando dissolvido em água, libera calor. É bastante utilizado nas indústrias de celulose, têxtil, detergentes, produtos farmacêuticos e outras, com destaque para seu uso no tratamento de água e esgoto. O silicato de sódio, também é um produto bastante utilizado na indústria, principalmente no setor cimentício, de produção de detergentes, adesivos, produtos químicos e tintas. Além disso, é solúvel em água, e possui coloração amarelada ou incolor.

Nesse sentido, Mimilidou *et al.* (2013) confeccionaram pastas geopoliméricas utilizando uma mistura de metacaulim e cinzas volantes com solução ativadora de hidróxido de sódio e silicato de sódio. Foi realizada cura térmica em estufa regulada a 50°C por um período de 24h, e ensaios de compressão com idades de 7 e 28 dias. Os autores constataram um aumento do grau de polimerização para os maiores valores de molaridade da solução de hidróxido de sódio, sendo que foram utilizadas molaridades variando de 1M a 6M.

4.3 Propriedades e aplicação da cura térmica

Alves (2018) estudou pastas geopoliméricas, com reforço de fibras longas de sisal, à base de metacaulim ativado com uma solução combinada de silicato de sódio e hidróxido de sódio, caracterizando-as quanto a resistência a flexão e tenacidade. Na Tabela 1, mostrada a seguir são evidenciadas as combinações entre tempo de cura (T.C.), módulo de ruptura (M.R.), módulo de elasticidade (M.E.) e tenacidade (TEN.).

Tabela 1: Resultados experimentais obtidos por Alves (2018)

% Sisal	NaSi/Met	T.C. (dias)	M.R. (MPa)	M.E. (GPa)	TEN. (kJ/m ²)
0,85	0,41	5	6,41	1,43	1,11
0,85	0,41	24	4,12	1,75	0,92
0,85	0,69	5	4,56	0,71	0,75
0,85	0,69	24	3,63	0,87	0,32
5,15	0,41	5	6,47	1,53	1,60
5,15	0,41	24	8,01	3,19	1,93
5,15	0,69	5	9,48	1,36	2,03
5,15	0,69	24	7,97	0,32	0,45
0,00	0,55	14,5	4,15	2,11	0,11
6,00	0,55	14,5	9,23	1,85	2,19
3,00	0,352	14,5	3,95	0,75	1,10
3,00	0,748	14,5	6,99	0,44	0,94
3,00	0,55	1,06	7,09	0,74	1,25
3,00	0,55	27,9	10,48	2,32	1,62
3,00	0,55	14,5	9,05	2,24	1,96
3,00	0,55	14,5	9,22	2,27	1,94
3,00	0,55	14,5	8,91	2,73	1,70
3,00	0,55	14,5	9,06	2,36	1,87

Fonte: Adaptado de Alves (2018)

A partir da análise estatística dos dados tabelados e a confecção de formulações de tendência, a autora pode concluir que houve um aumento pouco significativo, cerca de 11,4%, no valor do módulo de ruptura (M.R.) quando o tempo de cura (T.C.) passou de aproximadamente 2 dias para 25 dias, assim gerando indícios de que é viável a produção de geopolímeros com tempos de cura menores.

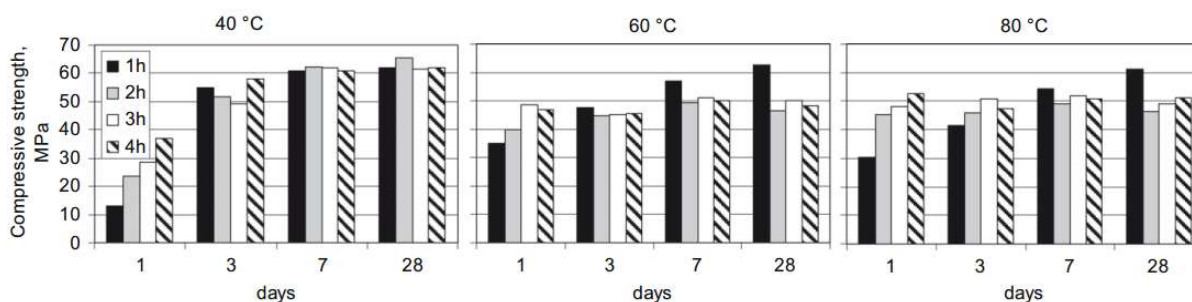
Alves (2018) conclui a partir da análise dos dados e discussão dos resultados que é evidente a potencialidade de geopolímeros como materiais de alta resistência inicial.

No entanto, Jackson (2017) aponta que o período de cura inicial é muito importante para que o material adquira ganhos em propriedades mecânicas importantes para seu desempenho. Com essa preocupação, o autor submeteu suas amostras à cura térmica de 80°C, variando o tempo de cura entre uma hora e 5 horas, em intervalos de uma em uma hora. Os resultados apontaram um aumento do módulo de flexão e resistência à flexão com tempo de cura inicial, mostrando ganhos de 65% e 170%, respectivamente, comparando os valores de resistência com cura térmica de uma hora e de 5 horas.

No entanto, a cura térmica deve ser utilizada com ressalvas. Rovnaník (2010) afirma que a cura térmica acelera os ganhos de resistência dos materiais geopoliméricos à base de metacaulim, mas diminui as propriedades mecânicas de 28 dias, quando comparados a materiais que tiveram o tratamento da mistura fresca realizados em temperatura ambiente. Segundo o autor, isso se deve pela microestrutura que é formada na matriz geopolimérica que varia com a temperatura. Elevadas temperaturas aumentam o tamanho dos poros e a distribuição dos mesmos, o que gera consequências nas propriedades mecânicas do material.

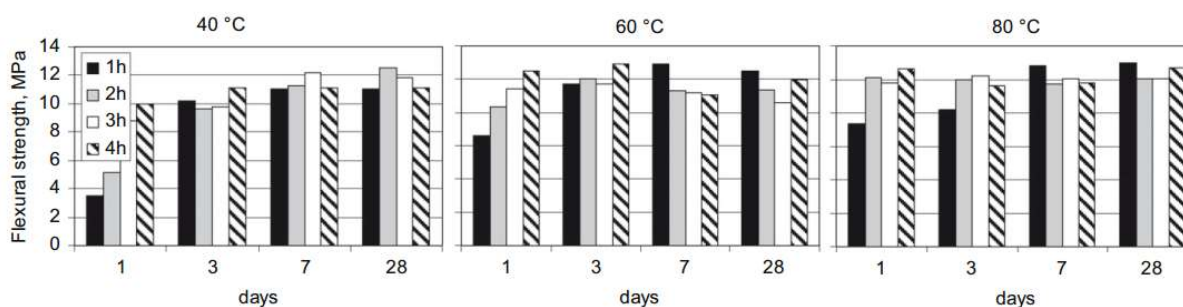
As amostras estudadas por Rovnaník (2010) foram submetidas a diferentes temperaturas de cura e também diferentes tempos de cura e caracterizadas à tração na flexão e à compressão axial em diferentes idades (1, 3, 7 e 28 dias). Com relação aos tempos de exposição à temperatura, as amostras foram expostas a cura térmica por períodos de uma a 4 horas em intervalos de uma hora, ou seja, 1, 2, 3 e 4 horas de exposição. As temperaturas também variaram em 40 °C, 60 °C e 80 °C. As Figuras 1 e 2 mostram a tendência relatada pelo autor, que evidenciam os ganhos iniciais de resistência com aumento de temperatura e a deterioração da qualidade das amostras submetidas à maiores temperaturas em função da idade.

Figura 1: Influência do tempo de cura nas resistências à compressão do geopolímero curado em temperaturas elevadas (40, 60 e 80°C)



Fonte: Rovnaník (2010)

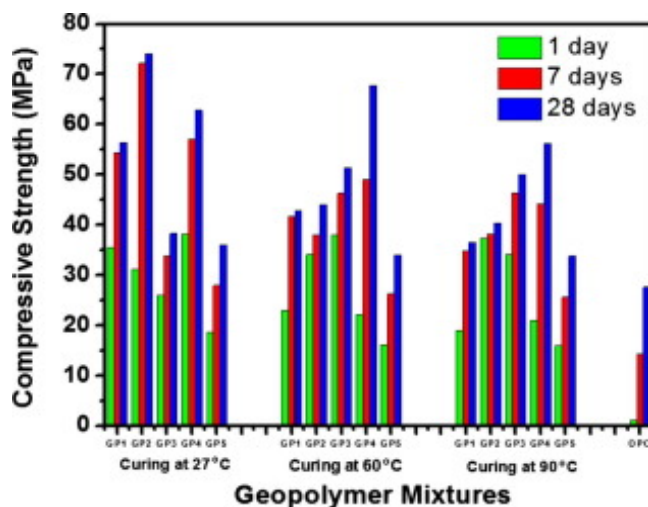
Figura 2: Influência do tempo de cura nas resistências à flexão do geopolímero curado em temperaturas elevadas (40, 60 e 80°C)



Fonte: Rovnaník (2010)

Fator semelhante no que diz respeito a queda do desenvolvimento da resistência à compressão com o aumento da temperatura de cura com o passar da idade, pôde ser constatado por Huseien et al. (2016), no qual os autores utilizaram diversas misturas para produzir geopolímeros, em diferentes temperaturas de cura e tempos semelhantes. Foram utilizados 27°C, 60°C e 90°C e 6 tipos de misturas. A Figura 3, evidencia o ganho de resistência à compressão dos corpos de prova conforme o aumento da idade em todas as temperaturas. Entretanto, ao comparar os valores médios de resistência à compressão ao longo do tempo com base na variação da temperatura, percebe-se que tais valores são maiores para os corpos de prova que foram curados a temperaturas baixas (27°C) e menores conforme a temperatura aumenta (60°C e 90°C).

Figura 3: Desenvolvimento da resistência à compressão de misturas geopoliméricas em diferentes temperaturas de cura



Fonte: Huseien *et al.* (2016)

Com isso, nota-se a grande variação de procedimentos, materiais e propriedades físicas que podem ser utilizados para gerar o que se denomina geopolímeros. As Tabela 2 e Tabela 3, sintetizam alguns dos dados mostrados nos gráficos elaborados por Rovnaník (2010) e Huseien *et al.* (2016) no que diz respeito a resistência à compressão com 28 dias de idade e tempos de cura térmica relativamente elevados (4h e 24h).

Tabela 2: Resistência à compressão com 28 dias e variação da temperatura e tempo de cura avaliada por Rovnaník (2010)

Autor	Temperatura de cura	Tempo de Cura	Idade	Resistência à compressão (MPa)
Rovnaník (2010)	40°C	1h	28 dias	61
	40°C	2h	28 dias	65
	40°C	3h	28 dias	61
	40°C	4h	28 dias	62
	60°C	1h	28 dias	63
	60°C	2h	28 dias	47
	60°C	3h	28 dias	50
	60°C	4h	28 dias	48
	80°C	1h	28 dias	61
	80°C	2h	28 dias	47
	80°C	3h	28 dias	49
	80°C	4h	28 dias	51

Fonte: Adaptada de Rovnaník (2010)

Tabela 3: Resistência à compressão em diferentes idades com variação da temperatura avaliada por Huseien *et al.* (2016)

Autor	Temperatura de cura	Tempo de Cura	Idade	Resistência à compressão (MPa)
Huseien et al. (2016).	27°C	-	1 dia	35
	27°C		7 dias	54
	27°C		28 dias	56
	60°C	24h	1 dia	24
	60°C		7 dias	44
	60°C		28 dias	45
	90°C	24h	1 dia	19
	90°C		7 dias	34
	90°C		28 dias	36

Fonte: Adaptada de Huseien *et al.* (2016)

Percebe-se em ambas as tabelas, que há uma tendência à perda de resistência quando os materiais são submetidos a curas em alta temperatura por períodos longos, fato que foi avaliado e discutido no presente trabalho.

Marvila *et al.* (2021) afirmam que tempos de cura prolongados distorcem as reações químicas, fazendo com que haja evaporação parcial da água e a criação de microcavidades que levam ao craqueamento das amostras, sugerindo assim que se deve manter a água no aglomerante a fim de evitar trincas e manter a integridade do material. Os mesmos autores afirmam ainda que temperaturas elevadas, ou seja, maiores que 100 °C prejudicam a reação, dado que há pouca umidade na mistura, o que eleva o aumento do pH e um consequente retardo na ativação da reação, resultando em alta porcentagem de alumínio na mistura. Tal cenário, faz com que o produto final seja granular, poroso e tenha desempenho reduzido no que se refere às propriedades mecânicas das amostras.

Camarini (1995) afirma que não há ciclo de cura universal, devendo o mesmo ser determinado para cada aglomerante. Portanto, a complexidade e diversidade de combinações entre aluminossilicatos, ativadores e tempos de cura, fazem com que seja necessário investigar combinações que possam satisfazer lacunas no uso de tais materiais, sabendo que é preciso adequar suas potencialidades ao seu uso no mercado, a fim de extrair as qualidades e mitigar os pontos de menor desempenho.

5. Metodologia

Para a realização dos ensaios, foram realizados sete planos experimentais para as pastas e sete planos experimentais para as argamassas, sendo todas produzidas e rompidas à compressão, com base nos métodos explicitados na NBR 13279 (ABNT, 2009). Foram moldados 4 corpos de prova para cada ensaio, totalizando 28 CPs (corpos de prova) para cada material estudado (pasta e argamassa).

Com relação à moldagem, foi utilizado o mesmo traço para todas as moldagens de pasta e argamassa, sendo introduzida a areia na produção das argamassas. Os materiais utilizados na composição foram:

- Hidróxido de Sódio;
- Metacaulim;
- Silicato de Sódio;
- Água;
- Areia (somente para a argamassa).

Para a formulação do traço do material, a molaridade do hidróxido de sódio utilizada foi igual a 15M, a molaridade do silicato de sódio foi igual a 12M, sendo que a relação entre esses dois componentes foi estipulada em 2,5. A relação entre hidróxido e silicato somados e metacaulim, foi igual a 0,595 e, por fim, a relação de água e metacaulim foi igual a 0,7, formando assim o traço da pasta geopolimérica. Para a execução da argamassa, tais quantidades se mantiveram constantes, adicionando a essas relações a massa de areia igual ao dobro da massa de metacaulim, como mostra a Tabela 4.

Tabela 4: Traço da pasta e da argamassa geopolimérica

Molaridade Hidróxido de Sódio	Molaridade Silicato de Sódio	Relação $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$	Relação $\text{NaOH}+\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{Metacaulim}$	Relação Água/Metacaulim	Areia p/ Argamassa
15	12	2,5	0,595	0,7	Dobro de metacaulim

Fonte: Autor

São apresentadas também as Tabelas 5 e 6 que mostram a quantidade em kg/m^3 de cada material constituinte da pasta e da argamassa.

Tabela 5: Quantidade em kg/m³ para produção da pasta

Solução NaOH		Solução Na ₂ SiO ₃		Água adicional (kg/m ³)	Metacaulim (kg/m ³)
Água (kg/m ³)	NaOH (kg/m ³)	Água (kg/m ³)	Na ₂ SiO ₃ (kg/m ³)		
1783,38	1070,03	1826,33	2675,16	781,94	6273,17

Fonte: Autor

Tabela 6: Quantidade em kg/m³ para produção da argamassa

Solução NaOH		Solução Na ₂ SiO ₃		Água adicional (kg/m ³)	Metacaulim (kg/m ³)	Areia (kg/m ³)
Água (kg/m ³)	NaOH (kg/m ³)	Água (kg/m ³)	Na ₂ SiO ₃ (kg/m ³)			
1188,92	713,35	1217,56	1783,44	521,29	4182,11	8364,22

Fonte: Autor

5.1. Caracterização dos materiais

A caracterização dos materiais, com exceção da areia, foi fornecida pelos fabricantes.

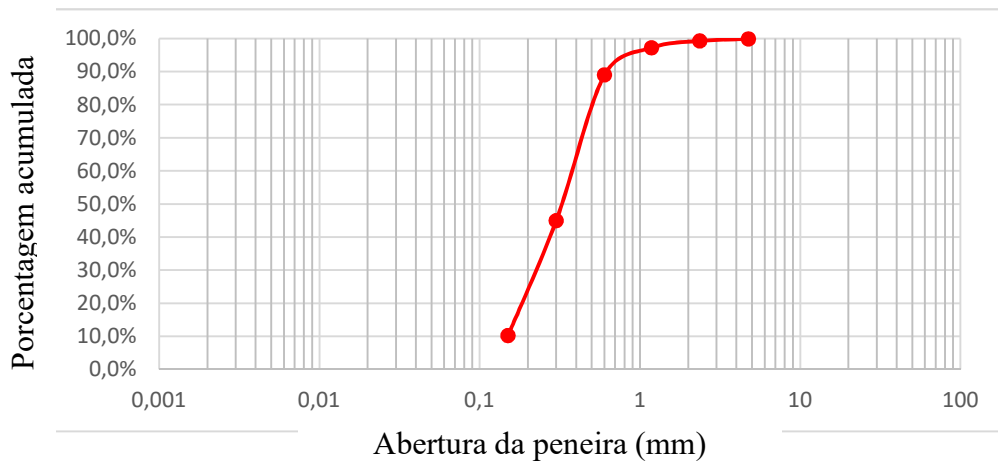
O metacaulim utilizado foi da marca Metacaulim HP Ultra e possui como principais componentes SiO₂ (59%) e Al₂O₃ (36%), tem finura de 7,3%, massa específica de 2,53 kg/dm³ e massa unitária de 0,66 kg/dm³ (METACAULIM DO BRASIL, 2022).

O silicato de sódio foi da marca Unaprosil e tem como principais componentes Na₂O (26,59%), SiO₂ (56,41%) e conseqüentemente uma relação entre SiO₂ e Na₂O de 2,12. A densidade aparente do produto é de 572,91 g/l e o pH é 12,57 (UNAPROSIL, 2022).

O hidróxido de sódio foi adquirido da empresa Cromoline Química Fina LTDA, e tem 98% de pureza (CROMOLINE, 2022).

Por fim, a areia foi caracterizada quanto a granulometria e quanto a massa específica. Os procedimentos de ensaio foram realizados de acordo com as normas NBR 17054 (ABNT, 2022) e NBR 16916 (ABNT, 2021). O gráfico granulométrico do material encontra-se na Figura 4, e o valor obtido de massa específica foi de 2,54 g/cm³.

Figura 4: Curva granulométrica da areia



Fonte: Autor

5.2. Execução da mistura e moldagem

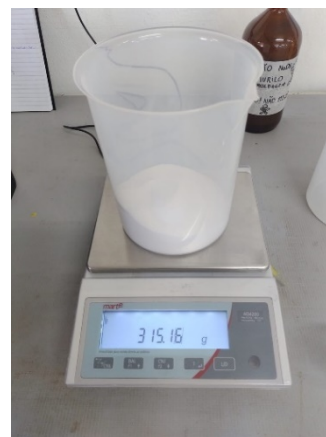
Com tais parâmetros definidos, o procedimento de execução seguiu as etapas seguintes:

1) Foi realizada a pesagem dos materiais secos e molhados respeitando a proporção especificada no traço da pasta e da argamassa, conforme ilustrado pela Figura 5, para a preparação da solução.

Figura 5: a) pesagem da água; b) pesagem do silicato de sódio; c) materiais pesados e organizados para preparação das soluções.



a)



b)



c)

Fonte: Autor

2) Após a pesagem dos materiais, produziu-se a solução de hidróxido de sódio e silicato de sódio, respeitando as molaridades de 15 mols e 12 mols, respectivamente. Ressalta-se que as soluções foram produzidas em capela para a correta exaustão dos gases produzidos pelas reações, conforme exibido na Figura 6. Esse processo foi realizado colocando o recipiente no qual os materiais foram misturados em banho de gelo, a fim de possibilitar uma melhor execução da mistura, visto que ambas as reações (execução da solução de hidróxido de sódio e silicato de sódio) são exotérmicas.

Figura 6: a) recipiente com gelo na capela; b) solução de hidróxido de sódio; c) solução de silicato de sódio.



a)



b)



c)

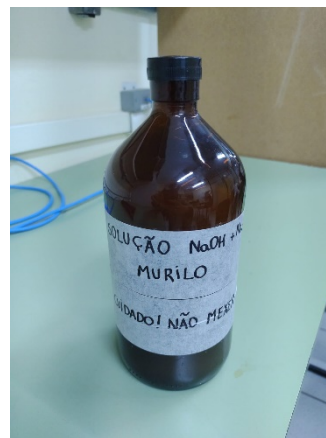
Fonte: Autor

3) Feita a solução, esperou-se o período de 24h para que a solução estabilizasse a temperatura, sendo que após esse tempo, ambas foram misturadas entre elas e armazenadas em vidro de coloração âmbar, colocando-as após essa etapa em local abrigado do sol e da umidade, conforme mostra a Figura 7.

Figura 7: a) mistura das soluções; b) armazenagem da solução.



a)



b)

Fonte: Autor

4) Após a armazenagem da solução, esta foi adicionada ao metacaulim juntamente à água adicional, no caso da pasta, e ao metacaulim, areia e água adicional, no caso da argamassa, de forma a misturar todos os materiais até a completa homogeneização. Para isso, adicionou-se metade da solução armazenada e da água adicional ao material seco disposto em um recipiente grande e misturou-se com auxílio de espátula e bastão de vidro, adicionando a segunda metade da

solução e da água adicional após aproximadamente 1 minuto de mistura, retornando a misturar todos os materiais, como mostra a Figura 8.

Figura 8: a) materiais secos dispostos em recipiente para mistura; b) mistura homogeneizada; c) mistura passada para o béquer para facilitar a moldagem.



a)



b)



c)

Fonte: Autor

5) Após a etapa anterior, foi feita a moldagem da pasta e da argamassa geopolimérica, como mostra a Figura 9, em moldes cilíndricos de 10 cm de altura e 5 cm de diâmetro, conforme a norma NBR 7215 (ABNT, 2019), entretanto sem a elaboração de camadas e aplicação de golpes devido a fluidez da pasta e da argamassa geopolimérica ser consideravelmente maior do que de pastas e argamassas cimentícias. Depois de moldados, foi colocado um plástico filme sobre a superfície dos moldes, a fim de evitar a retração por perda de água excessiva do material.

Figura 9: a) material colocado nos moldes; b) proteção com plástico filme.



a)



b)

Fonte: Autor

6) Feito isso, esperou-se 24 horas para a desmoldagem dos materiais, conforme ilustrado na Figura 10, mostrada abaixo.

Figura 10: Corpo de prova desmoldado.



Fonte: Autor

7) Após a desmoldagem dos corpos de prova, os mesmos foram submetidos à cura térmica variando os parâmetros de cura (temperatura e tempo de exposição à temperatura) que são os objetos de interesse do presente estudo. Foram utilizadas 4 temperaturas e 2 diferentes tempos de exposição, conforme explicitado na Tabela 7.

Tabela 7: Planos experimentais

Plano Experimental (P.E.)	Temperatura de Cura	Tempo de Cura
1°	Ambiente (± 25 °C)	-
2°	40 °C	2 horas
3°	40 °C	4 horas
4°	60 °C	2 horas

Tabela 7: Planos experimentais (continuação)

5°	60 °C	4 horas
6°	80 °C	2 horas
7°	80 °C	4 horas

Fonte: Autor

8) Para a realização da cura térmica, os corpos de prova, após desmoldados, foram colocados em um recipiente com água em temperatura ambiente e aquecidos em um intervalo de 5 minutos, em um fogão, até a temperatura de cura, visando evitar um choque térmico, conforme mostrado na Figura 11.

Figura 11: a) equipamento para aquecer os CPs; b) aquecimento dos CPs para posterior cura térmica.



a)



b)

Fonte: Autor

9) Após essa etapa, os corpos de prova foram dispostos em um recipiente plástico com água previamente colocado em uma estufa, com as respectivas temperaturas especificadas no plano experimental, como ilustra a Figura 12. Para controle de tempo de cura foi utilizado um “timer” e passados os períodos estipulados, os corpos de prova foram retirados da água, resfriados lentamente com auxílio de pano úmido inserido na água com as respectivas temperaturas de cura, até atingirem temperatura ambiente e depois envolvidos em plástico filme.

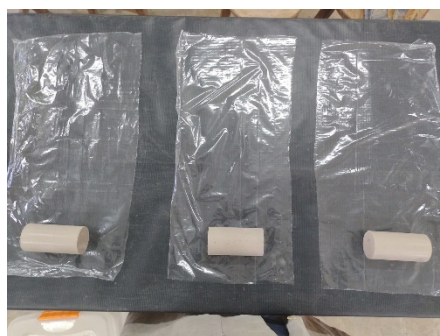
Figura 12: a) CPs dispostos em recipiente plástico com temperatura controlada; b) recipientes para cura térmica na estufa; c) embalagem dos CPs após cura térmica.



a)



b)



c)

Fonte: Autor

Ainda, destacam-se as tentativas de realização da cura térmica de diferentes maneiras, já que na literatura não foi descrita a maneira como a cura foi realizada. Tentou-se inserir os corpos de prova em estufa regulada à temperatura programada de acordo com os planos experimentais após a desmoldagem, entretanto os CPs fissuraram de maneira a tornar impossível a realização do ensaio de resistência à compressão, como ilustra a Figura 13.

Figura 13: Teste de cura térmica com corpos de prova de pasta fissurados



Fonte: Autor

Após este teste, foi realizada a cura térmica com o corpo de prova ainda dentro do molde, após um dia da moldagem, entretanto o problema supracitado foi recorrente, impossibilitando a realização do ensaio para determinação da resistência à compressão.

Desta forma, o método que mais se adequou as necessidades foi o método em que os corpos de prova foram imersos na água com a temperatura regulada de acordo com os planos experimentais.

10) Os corpos de prova, após embalados, permaneceram em local controlado até a idade de ruptura de 28 dias, data em que foram retificados para corrigir imperfeições na superfície e submetidos à compressão de acordo com a normativa especificada na NBR 13279 (ABNT, 2009), como mostra a Figura 14, e assim tiveram suas respectivas resistências à compressão definidas e comparadas.

Figura 14: a) CPs classificados; b) CPs armazenados; c) ensaio de determinação da resistência à compressão.



a)



b)



c)

Fonte: Autor

6. Resultados

6.1. Resultados da pasta

A partir dos ensaios para determinação da resistência à compressão da pasta, obteve-se os resultados exibidos na Tabela 8.

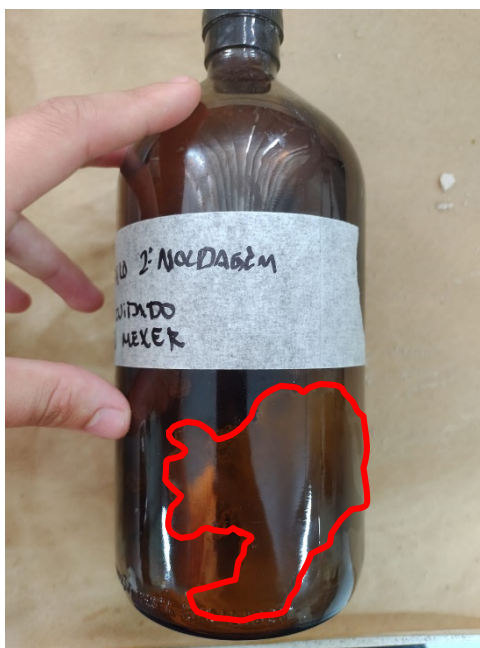
Tabela 8: Resistência à compressão das pastas geopoliméricas

PASTA								
Temperatura	Tempo	Resistência dos CPs (MPa)						
		CP1	CP2	CP3	CP4	MÉDIA	DESV. PAD.	COEF. VAR. (%)
Ambiente	-	22,83	23,84	24,81	23,43	23,73	0,83	3,51%
40 °C	2h	30,58	27,31	26,3	-	28,06	2,24	7,97%
	4h	29,39	24,49	27,37	22,89	26,04	2,90	11,16%
60 °C	2h	13,02	11,97	-	-	12,50	0,74	5,94%
	4h	14,07	14,09	13,46	-	13,87	0,36	2,58%
80 °C	2h	10,59	12,84	12,85	-	12,09	1,30	10,77%
	4h	12,16	12,12	-	-	12,14	0,03	0,23%

Fonte: Autor

No que diz respeito a pasta geopolimérica, nota-se que os maiores valores médios de resistência à compressão foram das pastas curadas a 40°C, sendo que a cura de 2 horas foi a que gerou o melhor desempenho para esse caso. Ainda, observa-se que o segundo melhor desempenho foi o da argamassa que curou a temperatura ambiente. Ressalta-se que os valores obtidos para as pastas curadas a 60°C e 80°C podem ter sofrido influência do processo de produção, dado que parte da solução armazenada cristalizou, como exibido na Figura 15, podendo ter alterado as propriedades químicas da mesma e, conseqüentemente, a reação do metacaulim com os ativadores. Fato esse que gera alerta sobre a armazenagem da solução.

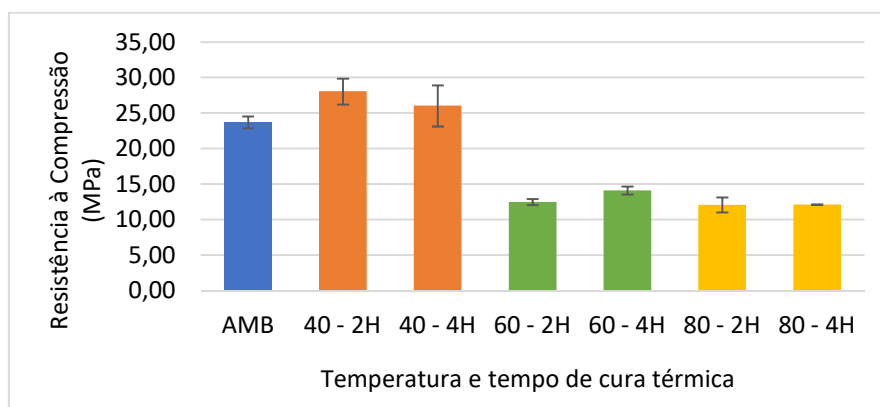
Figura 15: Solução cristalizada



Fonte: Autor

Para ilustrar visualmente a variação de resistência à compressão em função da temperatura e tempo de cura da pasta, elaborou-se a Figura 16.

Figura 16: Resistência à compressão das pastas geopoliméricas



Fonte: Autor

Percebe-se que houve uma grande variação da resistência, principalmente quando comparadas as pastas curadas a temperatura ambiente (AMB) e as curadas a 40°C (40-2h e 40-4h) em relação às curadas a 60°C e 80°C (60-2h, 60-4h, 80-2h e 80-4h). Novamente, ressalta-se que as pastas curadas a 60° e 80° tiveram as soluções cristalizadas no armazenamento, sendo percebida a condição da solução após a moldagem, o que pode ter ocasionado a diferença significativa entre os valores de resistência.

Entretanto, abstraindo o fato supracitado, percebe-se que os valores de resistência e os respectivos desvios padrões estão próximos uns dos outros quando comparados diretamente os valores de ambiente com curados a 40° e de curados a 60° com curados a 80°. Isto, aliado ao fato de um decréscimo de resistência conforme o aumento da temperatura, suscita o questionamento se é viável o gasto energético e de tempo para a realização da cura térmica no material (para esse traço).

6.2. Resultados da argamassa

A partir dos ensaios para determinação da resistência à compressão da argamassa, obteve-se os resultados exibidos na Tabela 9.

Tabela 9: Resistência à compressão das argamassas geopoliméricas

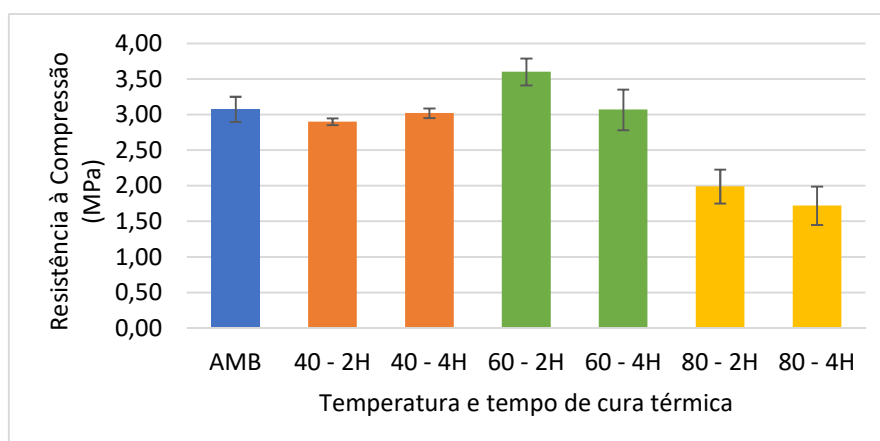
ARGAMASSA								
Temperatura	Tempo	Resistência dos CPs (MPa)						
		CP1	CP2	CP3	CP4	MÉDIA	DESV. PAD.	COEF. VAR. (%)
Ambiente	-	2,85	3,10	3,28	-	3,08	0,22	7,02%
40 °C	2h	2,93	2,85	2,95	2,88	2,90	0,05	1,58%
	4h	3,08	3,06	2,93	-	3,02	0,08	2,69%
60 °C	2h	3,87	3,47	3,47	-	3,60	0,23	6,41%
	4h	3,22	2,67	3,32	-	3,07	0,35	11,40%
80 °C	2h	1,82	2,33	1,83	-	1,99	0,29	14,63%
	4h	2,10	1,58	1,49	-	1,72	0,33	19,11%

Fonte: Autor

Com relação à argamassa geopolimérica, todos os valores de resistência foram bastante próximos, sendo que a cura de 80°C diminuiu a resistência à compressão dos corpos de prova. Além disso, com o aumento de temperatura percebeu-se um aumento no coeficiente de variação e no desvio padrão dos resultados obtidos, o que leva a crer que a cura em elevadas temperaturas pode afetar a homogeneidade de propriedades de um mesmo material.

A Figura 17, auxilia na visualização gráfica na variação da resistência à compressão.

Figura 17: Resistência à compressão das argamassas geopoliméricas



Fonte: Autor

6.3. Análise comparativa

Percebe-se que os valores médios de resistência à compressão da pasta são consideravelmente maiores dos que os valores da argamassa, o que já era esperado, visto que o comportamento para pastas e argamassas cimentícias é semelhante ao observado.

Além disso, comparou-se os resultados médios de resistência a compressão da pasta, realizando a média entre os valores obtidos para os diferentes tempos de uma mesma temperatura, com os valores da literatura na idade de 28 dias. Realizou-se o mesmo procedimento para os dados de Rovnaník (2010) sendo desconsiderado o tempo de cura de 24h de Huseien *et al.* (2016), que é bastante elevado em relação aos tempos utilizados no presente trabalho e na pesquisa do outro autor anteriormente citado.

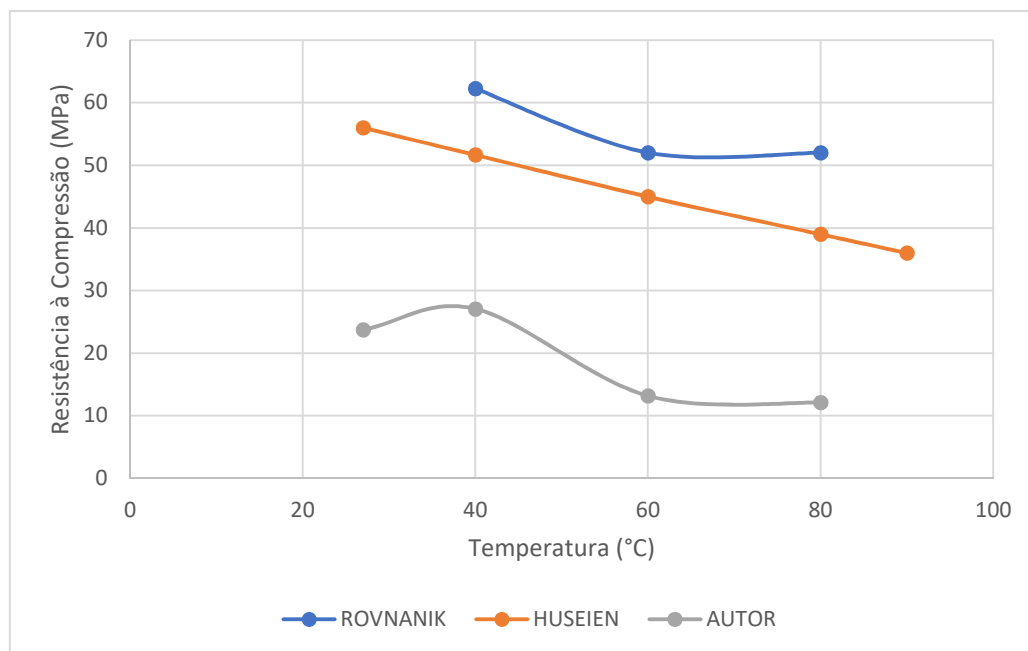
Foi ainda realizada uma interpolação linear para os valores de temperatura de 40°C e 80° da pesquisa de Huseien, visto que os valores de temperatura utilizados na cura térmica do autor foram distintos dos utilizados por Rovnanik e no presente trabalho. Assim sendo, obteve-se a Tabela 10 e a Figura 18, que auxiliam na visualização do comportamento do material geopolimérico.

Tabela 10: Comparação dos valores de resistência à compressão da pasta com valores de compressão de geopolímeros encontrados na literatura

Temperatura (°C)	Resistência à compressão (MPa)		
	ROVNANIK (2010)	HUSSEIN (2016)	AUTOR
27		56,00	23,73
40	62,25	51,67*	27,05
60	52,00	45,00	13,18
80	52,00	39,00*	12,12
90		36,00	

Notas: (*) Valores interpolados linearmente
 Fonte: Autor

Figura 18: Comparação dos valores de resistência à compressão da pasta com valores de compressão de geopolímeros encontrados na literatura



Fonte: Autor

Percebeu-se, a partir da Tabela 10 e da Figura 18, mostradas acima, que há uma tendência de perda de resistência à compressão, com 28 dias de idade, em decorrência do acréscimo da temperatura utilizada para a realização da cura térmica dos corpos de prova de geopolímeros, que condiz com os resultados já presentes na literatura.

6.4. Análise estatística

Buscando visualizar os resultados de forma analítica, foram realizadas ANOVAS com os valores obtidos nos ensaios de resistência à compressão das argamassas e das pastas geopoliméricas.

Ressalta-se que alguns planos experimentais tiveram o número de amostras avaliadas distintas, devido à problemas de fissuração na cura térmica e também falhas na desmoldagem, o que reduziu o número total de amostras em algumas desmoldagens. Visando mitigar esse problema e possibilitar a realização da ANOVA, foi determinado que o valor de resistência respectivo ao corpo de prova faltante do plano experimental, seria a média do valor de resistência dos demais corpos de prova do plano.

Ainda, visando possibilitar a realização das ANOVAS, os valores de resistência à compressão dos corpos de prova curados a temperatura ambiente foram duplicados, e dispostos nos tempos de cura de 2h e 4h, o que na realidade não aconteceu, visto que a cura temperatura ambiente levou mais tempo para acontecer. Entretanto, tal procedimento foi necessário para poder ter os valores de resistência dos CPs curados a temperatura ambiente como referência, possibilitando analisar o impacto da cura térmica com relação à “cura convencional”.

6.4.1. Análise estatística da pasta

A Tabela 11 contém a ANOVA realizada com os resultados de resistência à compressão obtidos da pasta.

Tabela 11: ANOVA das pastas geopoliméricas

<i>Fonte da variação</i>	<i>Soma dos quadrados</i>	<i>Graus de liberdade</i>	<i>Quadrado Médio</i>	<i>F calculado</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Tempo de cura	0,18	1	0,18	0,10	0,754566	4,26
Temperatura	1346,73	3	448,91	246,64	3,67E-18	3,01
Interações	11,85	3	3,95	2,17	0,117791	3,01
Dentro	43,68	24	1,82			
Total	1402,44	31				

Fonte: Autor

A partir da ANOVA realizada com os dados obtidos dos ensaios de resistência à compressão da pasta, exibidos na Tabela 11 acima, constatou-se que o valor-P do

tempo de cura e da interação entre tempo de cura e temperatura são maiores do que o nível de significância (α) estipulado para análise, evidenciando que o parâmetro do tempo de cura e da combinação com o tempo de cura não são determinantes para a diferença significativa entre as médias. Já o parâmetro de temperatura tem o valor-P inferior ao nível de significância (α) da análise, indicando que este parâmetro do experimento contribui de forma direta para a diferença entre as médias analisadas.

Para identificar quais as médias eram significativamente diferentes uma em relação a outra, foi utilizado o software “Past” para a realização do teste de Tukey. Foi avaliada a comparação entre médias obtidas levando em conta a temperatura e tempo de cura isoladamente.

Nas tabelas que exibem o teste de Tukey encontram-se os valores do módulo entre as médias dos valores correspondentes aos parâmetros da primeira coluna e da primeira linha. Em amarelo estão destacadas as comparações de parâmetro que tiveram uma diferença significativa entre as médias.

Na Tabela 12, estão dispostos os módulos entre as médias respectivas as temperaturas e foi possível observar que todas, quando comparadas, com exceção da comparação realizada entre a temperatura de 60°C e 80°C, tiveram uma diferença significativa entre os valores, ou seja, a variação da temperatura impactou diretamente nos resultados de resistência à compressão.

Tabela 12: Tukey Pastas - Temperatura

	27° C	40 °C	60 °C	80 °C
27° C		0,000277	2,8E-13	5,018E-14
40 °C	0,000277		1,799E-14	1,754E-14
60 °C	2,8E-13	1,799E-14		0,406
80 °C	5,018E-14	1,754E-14	0,406	

Fonte: Autor

A Tabela 13, mostrada abaixo, exibe os módulos advindos do parâmetro de tempo de cura, que variou em 2h e 4h.

Tabela 13: Tukey Pastas – Tempo de cura

	2H	4H
2H		0,754
4H	0,754	

Fonte: Autor

Percebe-se que não houve diferença significativa entre os resultados comparativos das médias respectivas ao tempo de cura de 2 horas e 4 horas, ou

seja, para a pasta o tempo de cura não foi um parâmetro determinante para a diferença entre os valores médios de resistência dos CPs de cada plano experimental.

6.4.2. Análise estatística da argamassa

A Tabela 14 contém a ANOVA realizada com os resultados de resistência à compressão obtidos da argamassa.

Tabela 14: ANOVA das argamassas geopoliméricas

<i>Fonte da variação</i>	<i>Soma dos quadrados</i>	<i>Graus de liberdade</i>	<i>Quadrado Médio</i>	<i>F calculado</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Tempo de cura	0,23	1	0,23	5,92	0,022822	4,26
Temperatura	10,22	3	3,41	86,55	5,21E-13	3,01
Interações	0,51	3	0,17	4,33	0,014216	3,01
Dentro	0,94	24	0,04			
Total	11,91	31				

Fonte: Autor

A partir da ANOVA realizada com os dados obtidos dos ensaios de resistência à compressão da argamassa, observou-se que o valor-P do tempo de cura, temperatura e da interação entre esses dois parâmetros foi menor do que o nível de significância estipulada na análise, de 0,05, mostrando assim que as médias dos resultados de cada plano experimental são significativamente diferentes.

Para identificar quais as médias eram significativamente diferentes uma em relação a outra, foi utilizado o software “Past” para a realização do teste de Tukey. Foi avaliada a comparação entre médias obtidas levando em conta a temperatura e tempo de cura isoladamente, para pastas e argamassas. Os resultados encontram-se abaixo dispostos nas Tabelas 15 e 16.

Na Tabela 15, exibida abaixo, estão dispostos os módulos entre as médias respectivas as temperaturas.

Tabela 15: Tukey Argamassas – Temperatura

	27 °C	40 °C	60 °C	80 °C
27 °C		0,665	0,06676	4,53E-11
40 °C	0,665		0,00489	3,38E-10
60 °C	0,06676	0,00489		7,46E-13
80 °C	4,53E-11	3,38E-10	7,46E-13	

Fonte: Autor

Percebe-se que houve diferença significativa na entre os valores quando comparadas as temperaturas de 40°C com 60°C e de 80° com todas as outras temperaturas, ou seja, o aumento de temperatura foi determinante para a resistência mecânica dos corpos de prova. Com o auxílio da Figura 17, percebe-se que o aumento de temperatura foi determinante para a diminuição da resistência a compressão.

A Tabela 16, mostrada abaixo, exhibe os módulos advindos do parâmetro de tempo de cura da argamassa, que variou em 2h e 4h.

Tabela 16: Tukey Argamassas – Tempo de cura

	2H	4H
2H		0,02282
4H	0,02282	

Fonte: Autor

Percebe-se, que diferentemente do que ocorreu com a pasta, o tempo de cura contribui para a diferença significativa entre os resultados comparativos das médias respectivas ao tempo de cura de 2 horas e 4 horas, fazendo com que esse parâmetro também seja determinante na realização da cura térmica na argamassa geopolimérica.

7. Conclusão

Conclui-se por meio das análises que, como esperado, as pastas geopoliméricas possuem resistência à compressão média maior do que a resistência à compressão média das argamassas geopoliméricas.

Ainda, percebe-se, apesar da não homogeneidade das amostras da pasta (devido a precipitação da solução no frasco utilizadas para produzir as amostras pasta 60°C e pasta 80°C), que conforme aumenta-se a temperatura da cura térmica, o valor médio de resistência à compressão das pastas cai para idade de 28 dias, conforme observado na literatura.

O mesmo ocorre com a argamassa, de maneira geral, evidenciando que o aumento da temperatura é prejudicial à resistência à compressão na idade de 28 dias.

Considerando os planos experimentais realizados com as pastas geopoliméricas, o resultado que obteve melhor desempenho, ou seja, o maior valor de resistência médio à compressão, foi a pasta curada a 40°C por 2 horas, com um valor de 28,06 MPa. Além disso, como mostrado nos testes Tukey presentes na Tabela 10, a temperatura é um fator determinante para o desempenho mecânico das amostras. No caso em questão, no qual esse desempenho foi avaliado em CPs com idade de 28 dias, o aumento de temperatura contribui para a diminuição desse desempenho, ou seja, a cura térmica com temperaturas elevadas foi prejudicial.

Para as argamassas geopoliméricas, o melhor desempenho foi da argamassa curada a 60°C por 2h, entretanto o valor ficou bastante próximo as demais amostras com temperaturas inferiores de cura (ambiente e 40°C), sendo questionável se é vantajoso o gasto energético e de tempo para a realização da cura térmica por tão pouco ganho, além de que houve um decréscimo no desempenho mecânico (resistência à compressão) nos CPs curados a 80°C.

Sendo assim, destaca-se que a cura térmica, de maneira geral, considerando CPs com idade de 28 dias prejudicou o desempenho do material geopolimérico estudado no presente trabalho, sendo indicada então para casos em que se necessita de ganho de resistência com idades menores que 28 dias.

Conclui-se ainda que deve-se tomar cuidado com o processo de armazenamento das soluções ativadoras por conta dos problemas de precipitação.

Indica-se realiza-las em prazos curtos com relação à moldagem do corpo de provas ou aquecê-las antes da moldagem, de forma que consigam chegar a temperatura ambiente no momento da moldagem, a fim de dissolver eventuais cristais que tenham se formado.

Acerca dos procedimentos experimentais realizados, destaca-se que na literatura não fica claro como é o procedimento de realização da cura térmica nem se o mesmo é padronizado, sendo necessária uma melhor padronização e descrição de tal etapa para uma que seja possível comparar mais fielmente os resultados obtidos nos futuros estudos acerca do tema.

Referências

- ALEEM, M. I.; ARUMAIRAJ, P. D. Geopolymer concrete – A review. **International Journal of Engineering Sciences & Emerging Technologies**. v. 1, n. 2, p. 118-122, Feb. 2012. https://doi.org/10.7323/ijeset/v1_i2_14
- ALVES, L. C. S. **Geopolímero à base de metacaulim com adição de fibras de sisal**. Uberlândia 2018. 122p. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Uberlândia.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13279**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.
- CAMARINI, G. **Desempenho de misturas cimento Portland e escória de alto-forno submetidas a cura térmica**. 1995. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995. Acesso em: 27 jun. 2022.
- CROMOLINE QUÍMICA FINA. **Especificações: hidróxido de sódio (micropérolas)**. Diadema, 2019.
- DAVIDOVITS, J. 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications – Market Trends and Potential Breakthroughs. In: GEOPOLYMER 2002 CONFERENCE, 3., 2002, Melbourne. **Anais...** Melbourne: Hotel Sofitel, 2002.
- GLASBY, T.; DAY, J.; GENRICH, R.; ALDRED, J. EFC Geopolymer Concrete Aircraft Pavements at Brisbane West Wellcamp Airport. In: 2015 RILEM Week and Concrete 2015 in Biennial Conference of the Concrete Institute of Australia, 27.,2015, Melbourne. **Anais...**Melbourne: The Pullman Hotel, 2015
- HUSEIEN, G.F.; MIRZA, J.; ISMAIL, M.; HUSSIN, M.W. Influence of different curing temperatures and alkali activators on properties of GBFS geopolymer mortars containing fly ash and palm-oil fuel ash. **Construction and Building Materials**. v. 125, p. 1229-1240, Oct. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.08.153>
- JACKSON, P. R.; RADFORD, D. W. Effect of initial cure time on toughness of geopolymer matrix composites. **Ceramics International**. V. 43, n. 13, p. 9884-9890, Sep. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.04.173>
- LLOYD, N. A.; RANGAN, B. V. Geopolymer concrete: a review of development and opportunities. In: Our world in concrete and structures, 35.,2010, Singapore. **Anais...**Singapore: Orchard Plaza, 2010a.
- MARVILA, M. T. AZEVEDO, A. R. G.; VIEIRA, C. M. F. Reaction mechanisms of alkali-activated materials. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**., vol. 14, no. 3, e14309, 2021,<https://doi.org/10.1590/S1983-41952021000300009>
- MCLELLAN, B. C.; WILLIAMS, R. P.; LAY, J.; VAN RIESSEN, A.; CORDER, G. D. Costs and carbon emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary Portland cement. **Journal of Cleaner Production**. v. 19, n. 9-10, p. 1080-1090, Jun-Jul 2011. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.02.010>
- METACAULIM DO BRASIL. Certificado de qualidade: Metacaulim HP Ultra – Lote: U-22-008. Jundiaí, 2022.

METACAULIM DO BRASIL. **Estudo da influência do Metacaulim HP como adição de alta eficiência em concretos de cimento Portland** [2003]. Disponível em: <<http://www.metacaulim.com.br/pdf/metacaulim-hp-usp.pdf>>. Acesso em: 03 jul. 2022.

MIMILIDOU, A.; TZANAKOS, K.; ANASTASIADOU, K.; GIDARAKOS, E. Influence of NaOH solution on the synthesis of hospital waste fly ash geopolymer. In: International Conference on Environmental Science and Technology, 13.,2013, Athens. **Anais...**Athens: University of the Aegean, 2013.

PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. Alkali-activated fly ashes – A cement for the future. **Cement and Concrete Research**. v. 29, n. 8, p. 1323-1329, Aug. 1999. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00243-9](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00243-9)

PALOMO, A.; KRIVENKO, P.; GARCIA-LODEIRO, I.; KAVALEROVA, E.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. A review on alkaline activation: new analytical perspectives. **Materiales de Construcción**. v. 64, n. 315, p. 022, Jul.-Sep. 2014.

PROVIS, J. L. Geopolymers and other alkali activated materials: why, how and what? **Materials and Structures**. V. 47, n. 1-2, p. 11-25, Jan. 2014. <https://doi.org/10.1617/s11527-013-0211-5>

PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. **Cement and Concrete Reserach**. Mar. 2017. Disponível em: < <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884616307700>>. Acesso em 17 Jul. 2022.

RANGAN, B. V. Geopolymer concrete for environmental protection. **The Indian Concrete Journal**. v. 88, n. 4, p. 41-48, 50-59, Apr. 2014.

ROVNAŇÍK, P. Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer. **Construction and Building Materials**. v. 24, n.7, p.1176 – 1183, Jul. 2010. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.12.023>

SCHNEIDER, M; ROMER, M.; TSCHUDIN, M.; BOLIO, H. Sustainable cement production - present and future. **Cement and Concrete Research**. v. 41, n. 7, p. 642-650, Jul 2011. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.019>

SINGH, N. B.; MIDDENDORF, E. B. Geopolymers as an alternative to Portland cement: An overview. **Construction and Building Materials**, v. 237, p. 1-15, 2020.

UNA-PROSIL. **Certificado de análise: silicato de sódio em pó 2.0**. Cajamar, 2022.

VAN DEVENTER J. S. J.; PROVIS J. L., DUXSON P. Technical and commercial progress in the adoption of geopolymer cement. **Minerals Engineering** 29:89–104, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.09.009>