UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

DESENVOLVIMENTO DE CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE: VIABILIDADE DE APLICAÇÃO NO SETOR DA CONSTRUÇÃO CIVIL

Tassiane de Paula Pinheiro Coelho

São Carlos-SP 2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

DESENVOLVIMENTO DE CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE: VIABILIDADE DE APLICAÇÃO NO SETOR DA CONSTRUÇÃO CIVIL

Tassiane de Paula Pinheiro Coelho

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de DOUTORA EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Márcio Raymundo Morelli Agência Financiadora: CNPq - Processo: 142438/2019-7

> São Carlos-SP 2023

DEDICATÓRIA

Aos meus familiares, principalmente aos meus pais pelo carinho e amor.

VITAE

Mestra em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2019).

Bacharel em Engenharia Civil pela Universidade de Franca (2015).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Defesa de Tese de Doutorado da candidata Tassiane de Paula Pinheiro Coelho, realizada em 28/07/2023.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Márcio Raymundo Morelli (UFSCar)

Profa. Dra. Ana Paula da Luz (UFSCar)

Prof. Dr. Murilo Camuri Crovace (UFSCar)

Prof. Dr. Diego Fernandes Neris (UFPR)

Prof. Dr. Ricardo Pieralisi (UFPR)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

AGRADECIMENTOS

À Deus por minha vida, família e amigos.

Aos meus pais, avós, irmãos, tias e tios pelo incentivo e amor incondicional.

Ao meu companheiro Leonardo e minha filha Judithi pelo carinho e incentivo nesta jornada.

Ao meu orientador Dr. Márcio Raymundo Morelli pelo incentivo, carinho, aprendizado e empenho dedicado ao meu trabalho.

Aos técnicos do setor cerâmica Departamento de Engenharia de Materiais - DEMa/UFSCar e aos laboratórios Grupo de Estudos Multidisciplinares em Engenharia Cerâmica -GEMEC/UFSCar e Laboratório de Formulação e Síntese Cerâmica -LAFSCer/UFSCar por todo apoio nesta jornada.

Agradecimento especial também ao Laboratório de Construção Civil da Universidade de Franca pela estrutura disponibilizada em várias etapas dos experimentos.

Gostaria de agradecer ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq- Processo: 142438/2019-7) pela bolsa concedida.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. iv

RESUMO

O cimento Portland é o principal componente do concreto convencional, considerado o segundo material mais consumindo do mundo, porém sua fabricação acentua o efeito estufa. Estudos evidenciam que a produção de concreto geopolimérico é uma alternativa sustentável e apresentam características físico-mecânicas comparáveis. Nesse sentido, esta tese desenvolveu e caracterizou concreto geopolimérico leve contendo agregados leves, tais como vermiculita, perlita, diatomito e zeólita, em diferentes granulometrias, com intuito de averiguar a influência desses nas propriedades físico-mecânicas e verificar a viabilidade de aplicação no setor da construção civil. Os geopolímeros foram sintetizados a partir de metacaulim e solução ativadora (NaOH e Na₂SiO₃). O precursor e a solução ativadora foram caracterizados inicialmente e para comparação foi preparada amostra referência (sem adição de agregados). Após diferentes períodos de cura, as amostras foram caracterizadas por DRX, FRX, FTIR, absorção de água, porosidade aparente e total, densidade aparente, evolução da resistência mecânica à compressão e à flexão em 3 pontos, módulo Young a frio em 1, 7, 14 e 28 dias e resistência ao fogo. Foi realizado o ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV e imersão/secagem e a evolução do módulo Young à frio. Adicionalmente, foi analisada a interface matriz/agregado por microscopia eletrônica de varredura e confocal, antes e após envelhecimento acelerado. Os resultados indicaram que a adição de 5% em peso de agregado obteve-se concretos leves. Os geopolímeros compostos por diatomito e zeólita exibiram os maiores valores de resistência à compressão, 36 MPa e 31,5 MPa, respectivamente após 1 dia de cura. Em comparação com produto comercial, os concretos geopoliméricos apresentaram resistência mecânica à flexão superior e nenhum indício de propagação de chama, demonstrando a viabilidade para o setor construção civil.

Palavras-chave: Geopolímeros; Agregados Leves; Placas leves de vedação; Construção Civil.

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF LIGHT GEOPOLYMERIC CONCRETE: FEASIBILITY OF APPLICATION IN THE CIVIL CONSTRUCTION SECTOR

Portland cement is the main component of conventional concrete, considered the second most consuming material in the world, but its manufacture accentuates the greenhouse effect. Studies show that the production of geopolymer concrete is a sustainable alternative and has comparable physicalmechanical characteristics. In this sense, this thesis developed and characterized lightweight geopolymeric concrete obtained from lightweight aggregates, such as vermiculite, perlite, diatomite and zeolite, in different granulometries, with the aim of investigating their influence on the physical properties -mechanics and verify the feasibility of application in the civil construction sector. Geopolymers were synthesized from metakaolin and activator solution (NaOH and Na2SiO3). The precursor and activator solution were initially characterized and a reference sample was prepared for comparison (without addition of aggregates). After different curing periods, the samples were characterized by XRD, FRX, FTIR, water absorption, apparent and total porosity, apparent density, evolution of mechanical resistance to compression and flexion in 3 points, Young modulus in cold in 1, 7, 14 and 28 days and fire resistance. The accelerated aging test by UV exposure and immersion/drying and the evolution of the Young modulus in cold were performed. Additionally, the matrix/aggregate interface was analyzed by scanning and confocal electron microscopy, before and after accelerated aging. The results indicated that the addition of 5% by weight of aggregate resulted in lightweight concrete. Geopolymers composed of diatomaceous earth and zeolite exhibited the highest compressive strength values, 36 MPa and 31.5 MPa, respectively, after 1 day of curing. Compared to a commercial product, geopolymeric concretes showed superior flexural strength and no evidence of flame propagation, demonstrating their viability for the civil construction sector.

Keywords: Geopolymers; Light Aggregates; Light sealing plates; Civil Construction.

viii

PUBLICAÇÕES

COELHO, T.P.P.; BEZERRA, B.P.; VERZA, J.R. LUZ, A.P.; MORELLI, M.R. Physico-mechanical properties of metakaolin and diatomite-based geopolymers. MATERIALS LETTERS, v.349, p.134784, 0167-577X, 2023.

COELHO, T.P.P.; BEZERRA, B.P.; MORELLI, M.R. Propriedades físicomecânicas de concreto geopolimérico leve obtido a partir de vermiculite e perlita. In 67° CBC -Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, 2023.

COELHO, T.P.P.; BEZERRA, B.P.; VERZA, J.R. LUZ, A.P.; MORELLI, M.R. Avaliação das propriedades físico-mecânicas de geopolímeros preparados com incorporação parcial de resíduos cerâmicos. In 67° CBC -Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, 2023.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	xix
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	5
2.1 Objetivo Geral	5
2.2 Objetivos Específicos	5
3 REVISÃO DA LITERATURA	7
3.1 Geopolímeros	7
3.1.1 Metacaulim	11
3.1.2 Ativadores Alcalinos	15
3.1.3 Matriz Geopolimérica	17
3.1.4 Geopolímeros na Construção Civil	22
3.2 Estruturas Leves	25
3.3 Vermiculita	28
3.4 Diatomito	32
3.5 Zeólitas	35
3.6 Perlita	37
4 METODOLOGIA	41
4.1 Materiais	41
4.2 Métodos	44
4.2.1 Preparo de Amostras	44
4.2.2 Caracterização e Análise de Propriedades Físico-mecânica	47
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	53

5.1 Caracterização Inicial dos Materiais	53
5.2 Caracterização e Análise de Propriedades dos Geopolímeros	58
5.3 Caracterização Final	84
6 CONCLUSÃO	121
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	123
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	125
APÊNDICE A	137

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 3.1 – Composição das soluções de matrizes geopolímericas	20
Tabela 3.2 – Composições de painéis de vermiculita	30
Tabela 3.3 – Classificação da qualidade de depósito de diatomito	33
Tabela 4.1 – Materiais atuantes no projeto experimental	41
Tabela 4.2 – Composição elaboradas dos concretos geopolimérico	45
Tabela 4.3 – Exemplificação da nomeação das composições	45
Tabela 5.1 – Composição química precursor	54
Tabela 5.2 – Área superficial específica do precursor	55
Tabela 5.3 – Análise do espectro de FTIR do precursor	55
Tabela 5.4 – Composição química dos agregados de estudo	56
Tabela 5.5 – Densidade real dos agregados de estudo	57
Tabela 5.6 – AA, PA, DA e PT dos concretos de estudo	59
Tabela 5.7 – Resistência ao fogo em amostra de estudo	115
Tabela 5.8 – Análise comparativa com produto comercial	118

xiv

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 3.1 – Representação esquemática dos polissialatos	8
Figura 3.2 – Esboço esquemático do processo de geopolimerização	9
Figura 3.3 – Esquematização das reações de endurecimento dos	
cimentos Portland - CP e Geopolimérico – CG	10
Figura 3.4 – Aplicação de geopolímero de acordo com Si/Al	11
Figura 3.5 – Dimensões das partículas na produção de concretos	13
Figura 3.6 – DRX de metacaulim antes e após tratamento térmico	14
Figura 3.7 – DRX de metacaulim predominantemente amorfo	20
Figura 3.8 – DRX de matrizes geopoliméricas obtidas por metacaulim	21
Figura 3.9 – DRX de matrizes geopoliméricas obtidas por diferente S.A	22
Figura 3.10 – MEV amostra geopolimérica obtida por diferentes S.A	22
Figura 3.11 – Exemplo de aplicação de técnica de injeção de <i>grouts</i>	23
Figura 3.12 – Agregado vítreo	24
Figura 3.13 – Tipos de concreto leve	26
Figura 3.14 – Aparência do CLEPE endurecido	27
Figura 3.15 – Painel de fechamento constituído por CLEPE	27
Figura 3.16 – Painel de laje PI (formato duplo T) de CLEPE	28
Figura 3.17 – Fotografias de amostras de vermiculita	29
Figura 3.18 – Painéis obtidos por vermiculita	31
Figura 3.19 – Estrutura molecular da zeólita	36
Figura 4.1 - Fluxograma metodológico	42
Figura 4.2 – Amostras cilíndricas de concretos de estudo	46
Figura 4.3 – Amostras prismáticas de concretos de estudo	46
Figura 4.4. – Ensaio tempo de pega	47
Figura 4.5 – Ensaio de resistência ao fogo	52
Figura 5.1 – DRX caulim antes e após calcinação	53
Figura 5.2 – Espectros de ATR-FTIR do precursor	55
Figura 5.3 – Curva granulométrica dos agregados de estudo	56
Figura 5.4 – Espectros de ATR-FTIR da solução ativadora	58
Figura 5.5 – Valores de RC e razão SiO ₂ /Al ₂ O ₃ e M/Al ₂ O ₃	61

Figura 5.6 – Amostras submetidas ao ensaio de RC	61
Figura 5.7 – Valores de RF3pontos	63
Figura 5.8 – Amostra submetida ao ensaio de RF3pontos	64
Figura 5.9 – Evolução do módulo de Young dos concretos de estudo	65
Figura 5.10 – DRX dos geopolímeros de estudo	66
Figura 5.11 – Espectros de FTIR dos concretos de estudo	67
Figura 5.12 – MEV amostra R	68
Figura 5.13 – Confocal amostra R	69
Figura 5.14 – MEV amostra V1	71
Figura 5.15 – Confocal amostra V1	71
Figura 5.16 – MEV amostra V_2	73
Figura 5.17 – Confocal amostra V2	74
Figura 5.18 – MEV amostra D	75
Figura 5.19 – Confocal amostra D	76
Figura 5.20 – MEV amostra P1	77
Figura 5.21 – Confocal amostra P1	78
Figura 5.22 – MEV amostra P2	79
Figura 5.23 – Confocal amostra P2	79
Figura 5.24 – MEV amostra Z1	81
Figura 5.25 – Confocal amostra Z1	81
Figura 5.26 – MEV amostra Z_2	83
Figura 5.27 – Confocal amostra Z2	83
Figura 5.28 – Amostras antes do ensaio de envelhecimento por I/S	85
Figura 5.29 – Amostra após ensaio de envelhecimento por I/S	86
Figura 5.30 – Amostra antes do ensaio de envelhecimento por UV	87
Figura 5.31 – Amostra após ensaio de envelhecimento por UV	87
Figura 5.32 - Evolução do módulo de Young antes e após I/S	88
Figura 5.33 – Evolução do módulo de Young antes e após UV	97
Figura 5.34 – MEV amostra R após I/S	105
Figura 5.35 – MEV amostra V1 após I/S	106
Figura 5.36 – MEV amostra V $_2$ após I/S	107
Figura 5.37 – MEV amostra D após I/S	109
Figura 5.38 – MEV amostra P₁ após I/S	110

Figura 5.39 – MEV amostra P2 após I/S	111
Figura 5.40 – MEV amostra Z1 após I/S	112
Figura 5.41 – MEV amostra Z ₂ após I/S	113
Figura 5.42 – Face oposta a ação do fogo das amostras de estudo	116
Figura 5.43 – Face exposta a ação do fogo das amostras de estudo	117

xviii

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

- NBR Norma Brasileira Regulamentadora
- GCR Gelcasting Route
- ABNT Associação Brasileira de Normas de Técnicas
- **GCSPCR** Gelcasting/Saponification/Peroxide Combined Route
- EPS Poliestireno Expandido
- CLEPE Concreto Leve Estrutural com Pérolas de EPS
- CC Concreto Convencional
- PI Painel de Laje em Formato Duplo T
- MPa Mega Pascal
- S.A Solução Ativadora
- RC Resistência mecânica à Compressão
- MEV Microscopia Eletrônica de Varredura
- **DR-X** Difração de Raios-X
- FR-X Fluorescência de Raios-X
- FTIR Espectroscopia infravermelho por transformada de Fourier
- BET Área superficial específica

1 INTRODUÇÃO

O setor da construção civil apresenta constante evolução e progresso, porém, geralmente de maneira conflitante com questões ambientais e sustentáveis. O principal componente da construção civil é o cimento Portland, mas sua fabricação é tratada como um agravante ambiental, pois a produção do clínquer, proveniente da calcinação de argila e calcário, resulta na emissão de elevada quantidade de CO₂, contribuindo para o efeito estufa.

Em virtude do concreto ser considerado o segundo elemento mais consumindo no mundo, este colabora com o agravo ambiental por ter o elemento cimento Portland em sua composição [1].

Em relação a sustentabilidade no setor de construção civil, almeja-se a redução de resíduos nesse setor, ou seja, há uma crescente preocupação relacionada a qualidade ambiental despertando interesse em empresas, entidades governamentais e pesquisa relacionada a influência de sustentabilidade ao invés de alta produtividade não sustentável [2].

Pertinente a esta dificuldade, é de interesse industrial a investigação tecnológica para potencial substituição e/ou redução do cimento Portland neste cenário, como exemplo tem-se que o desenvolvimento de materiais ecológicos e uso de subprodutos industriais reduzem o volume de cimento no concreto [3].

Os geopolímeros são materiais alternativos que podem substituir o cimento Portland. Davidovits [4] define geopolímeros como polímero inorgânico com propriedades cimentícias.

Em relação a química dos sistemas geopoliméricos, Davidovits [4] aborda que estes apresentam propriedades cimentícias e elevada condição de estabilidade, justificado pela semelhança de condições hidrotérmicas nos plásticos fenólicos (orgânicos) e dos minerais feldspatoides e zeólitas, sendo que ambos requerem elevada concentração alcalina, temperatura inferior a 150 °C e alto pH [5].

Os aluminossilicatos são materiais essenciais para compor a matriz química dos geopolímeros. Polissialato (composto pela organização e arranjo espacial do Si e do Al) tem a finalidade de caracterizar a rede de tetraedros de SiO4 e AlO4, neste caso liga-se de maneira alternada compartilhando todos os oxigênios dos vértices [6]. Os polissialatos apresentam características tão particulares que revelam um grande potencial de aplicação como aglomerante em substituição ao cimento Portland.

Os materiais geopoliméricos podem atuar em diversos setores da construção civil, segundo o estudo dos autores Nguyen et al. [7] estes podem ser aplicados em argamassa com utilização de aditivos termogenéticos e materiais pré-aquecidos, com o intuito de investigar as propriedades finais e em propor tecnologias auto curáveis a partir de cinzas volantes curadas sem o uso de recurso de calor, ou seja, em condições ambiente.

Segundo Silva [8] materiais geopoliméricos podem ser classificados como aglomerantes sustentáveis, estes são crescentemente aplicados na construção civil de maneira adequada e respeitosa ao meio ambiente como blocos de alvenarias, além disso, o concreto geopolimérico tem possibilidade de reduzir até 80% das emissões de CO₂, quando comparado a produção de concreto convencional.

Além de aplicações em argamassas e blocos, este tipo de material também é aplicado em pavimentação, como exemplo tem-se o Aeroporto Brisbane West Wellcamp localizado na Austrália, cuja pista foi construída com aproximadamente um volume de 25.000 m³ de concreto geopolimérico [9].

Apesar dos esforços no desenvolvimento dos concretos geopoliméricos com elevada resistência, as estruturas leves também representam um vasto campo de aplicações na área da construção civil, pois além das características antichamas, proporcionam propriedades isolantes térmica e acústica quando aplicadas a painéis e placas de vedação.

Os concretos leves buscam unir as características do concreto de alto desempenho e massa específica baixa, ou seja, material leve de alto desempenho [10]. Esse material busca manter resistência mecânica com redução do peso próprio da estrutura e, quando aplicado à infraestrutura de uma construção civil, proporciona menor carga na fundação que minimiza o custo final da obra.

Para redução da massa específica faz se uso da substituição dos agregados convencionais por materiais leves. Tal fato tem influência nas propriedades do concreto final, tais como absorção de água, deformação,

resistência mecânica, entre outros. Para um agregado ser considerado como leve, este deve atender os requisitos da norma britânica BS 13055-1/2002 que os classifica em função da densidade volumétrica máxima e/ou densidade aparente, respectivamente, sendo que os valores desta propriedade não devem exceder a faixa de 1200 kg/m³ a 2000 kg/m³ [10, 11].

Alguns exemplos de agregado leves utilizados em concretos são: vermiculita, perlita e argila expandida, cinzas, lamas de vários tipos e resíduos de vidros (rejeitos industriais) [11].

A abordagem de linha de pesquisa em desenvolvimento tecnológico teve o propósito de avaliar o potencial de concretos geopoliméricos aplicados em estruturas leves, que são materiais crescentes no mercado de construção civil, de forma a tentar conciliar qualidade com o conceito de construção sustentável em possível substituição de materiais de construção civil comercias compostos de cimento Portland.

Neste contexto, justifica-se esse estudo devido à importância de abordar maior sustentabilidade na construção civil. Avaliou-se o potencial de substituição do cimento Portland por cimento geopolimérico em placas de estrutura leve de vedação, sendo dado atenção adesão agregado/matriz ao investigar possíveis agregados que contribuíssem para promover uma maior interação físico-química com a fase cimentícia geopolimérica, de forma a resultar em alta resistência mecânica e baixa densidade. A estratégia foi a utilização de agregados leves, quimicamente compatíveis, em diferentes granulometrias, tais como a vermiculita, somente explorada em matriz de cimento Portland e cimento geopolímero; diatomito, perlita e zeólita, ainda não tão reportados na literatura consultada, para essa específica aplicação de construção civil.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Essa tese teve como principal objetivo o desenvolvimento e caracterização de concreto geopolimérico leve contendo agregados leves, tais como vermiculita, perlita, diatomito e zeólita, em diferentes granulometrias, almejou-se averiguar a influência desses nas propriedades físico-mecânicas das composições estudas e verificar a viabilidade de aplicação em placas leves de vedação no setor da construção civil.

2.2 Objetivos específicos

Para o desenvolvimento e análise de desempenho das placas leves, buscou-se:

- Obter metacaulim (calcinação);
- Obter solução ativadora composta por hidróxido de sódio e silicato de sódio;

 Avaliar e estabelecer a melhor proporção entre o metacaulim (componente padrão) e a solução ativadora para obter a matriz do geopolímero;

 Avaliar o efeito de diferentes granulometrias de agregados leves para selecionar a combinação mais adequada que favoreça maior adesão na interface agregado e ligante (resistência mecânica);

 Desenvolver concreto geopolimérico a partir de agregados de vermiculita, perlita, diatomito e zeólita e comparar propriedades físicomecânica e características microestruturais com amostra referência (sem agregado);

 Avaliar a evolução do módulo Young à frio por período de 50 dias de amostras submetidas a testes de envelhecimento acelerado por exposição UV e imersão/secagem, com o intuito de prever a durabilidade do concreto geopolimérico;

• Verificar a viabilidade de produzir placas leves de vedação (dimensão reduzida) nas características de resistência ao fogo e análise

de densidade, para meios comparativos entre as características de placas leves comerciais disponíveis no mercado (obtidos por cimento Portland).

Dessa forma procurou-se propor uma solução sustentável para substituição do cimento Portland na confecção de placas de estruturas leves de vedação. A originalidade dessa pesquisa encontra-se na variação de agregados na composição da matriz geopolimérica e análise da evolução de módulo de Young no envelhecimento acelerado, devido ao fato da escassez de estudos relacionados ao agregado vermiculita, perlita, diatomito e zeólita na obtenção de placas leves de vedação.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Geopolímeros

Geopolímeros são definidos como polímeros inorgânicos oriundos da polimerização de matérias primas naturais compostas por aluminossilicatos [12]. Alguns autores os definem como materiais com estruturas obtidas pela policondensação de unidades tetraédricas de aluminossilicato que neutralizam cargas associadas às estruturas tetraédricas de alumínio por meio de íons de metais alcalinos [13].

Davidovits [14] realizou estudos mineralógicos e químicos em blocos das pirâmides localizadas no Egito e observou que estas não eram compostas por pedras calcárias naturais, e sim por um aglomerante oriundo da mistura de hidróxido de sódio e calcário de Gizé produzido no próprio local pela combinação de cal, água e carbonato de sódio. Assim, o autor descreveu geopolímero como "uma adaptação moderna do aglomerante utilizado pelos egípcios e romanos".

Geopolímero é considerado como um material composto por fontes de alumina e sílica amorfa e uma solução ativadora alcalina, sendo esses indicados como materiais poliméricos inorgânicos com similaridade na composição química comparada às zeólitas, mas com a diferença de microestruturas mistas, ou seja, amorfa à semicristalina [15]. Portanto, o termo "geo" assimila-se aos materiais geológicos e o termo "polímero" representa a química dos sílicoaluminatos. Há também outra nomenclatura possível, onde esses materiais são conhecidos como polissialatos [16].

Polissialatos é a abreviação de poli-silício-aluminatos, esses componentes possuem uma cadeia molecular grande composta por oxigênio, silício e alumínio podendo apresentar estrutura mista, amorfa à semicristalina [17]. As estruturas dos polissialatos estão representadas na Figura 3.1, a qual retrata polímeros naturais obtidos da reação de geo-síntese (produção de rocha artificial à temperatura abaixo de 100°C), procedimento que induz a polimerização do Al por meio de ativação alcalina em estrutura de matriz silicosa [14,17].



Figura 3.1 – Representação esquemática dos polissialatos [18].

A estruturação dos polissialatos tem como base a organização e o arranjo tridimensional em que os átomos de Si se alternam com os de Al em coordenação tetraédrica, compartilhando os oxigênios [19].

O mecanismo de reação do geopolímero é denominado geopolimerização (Figura 3.2), sendo este um fenômeno exotérmico que dissolve silício e alumínio na matriz alcalina, seguido por policondensação, resultando na formação de um gel composto por unidades tetraédricas de aluminossilicatos [20,21].

Segundo os autores Jaarsveld et al. [20], essa fase em gel é considerada altamente reativa e ela é produzida pela polimerização de sílica e alumina dissolvidas de maneira individual pelo hidróxido alcalino.



Figura 3.2 – Esboço esquemático do processo de geopolimerização [22].

De acordo com o autor Davidovits [4], os geopolímeros não apresentam composição estequiométrica e são compreendidos como estruturas mistas, amorfas às semicristalinas. A Equação 3.1, descreve a fórmula empírica dos geopolímeros:

$$Mn [(SiO_2)_z AlO_2]_n w H_2 0$$
(3.1)

onde: M = íon positivo; z = 1, 2 ou 3; n = grau de policondensação e w = valor em torno de 7.

A Figura 3.3 ilustra a comparação de reação, processo de cura e de endurecimento entre os dois tipos de cimento, composto por Portland e Geopolímero [23].



Figura 3.3 – Esquematização das reações de endurecimento dos cimentos Potland -CP e Geopolimérico -CG [23].

Conforme a Figura 3.3, as reações do CP envolvem uma simples hidratação do silicato de cálcio, dando origem ao silicato de cálcio hidratado e cal. Por outro lado, o CG possui como ativador uma fonte de íons potássio ou sódio, onde o processo de endurecimento ocorre pela policondensação do potássio oligo-(sialate-siloxo) em potássio poly (sialate-siloxo) de rede reticulada [23].

De acordo com Santa [24], a razão molar entre Si e Al influencia diretamente no comportamento das características dos geopolímeros, sendo de suma importância compreender tal parâmetro. A autora aborda que essa razão não pode ser inferior a 1, justificado pela Regra de Lowentein que relata que dois átomos de alumínio não podem ser adjacentes.

Davidovits [18], por sua vez, analisou as razões molares para aplicação em geopolímeros e classificou-os em função da relação Si/Al, como indicado na Figura 3.4.


Figura 3.4 – Aplicação de geopolímeros de acordo com a sua relação Si/AI [18].

Entende-se que para a produção do geopolímero é necessário ter fonte de íons de AI e Si e o emprego de metacaulim atende esse requisito.

3.1.1 Metacaulim

O metacaulim é considerado um material pozolânico composto por SiO₂ e Al₂O₃ na fase amorfa, qual pode atuar como um acelerador do processo de hidratação do cimento Portland, originando o silicato de cálcio hidratado adicional. Tal ação é explicada, pela capacidade desse material em formar

produtos hidratados, por meio da reação do hidróxido de cálcio gerado durante a hidratação do cimento [25].

Este tipo de material é definido como um aluminossilicato termicamente ativado proveniente de calcinação de argilas cauliníticas (650 °C a 800 °C) que confere alta atividade pozolânica. Há também outras fontes de origem para obtenção da metacaulinita, como exemplos tem-se os resíduos industriais proveniente do tratamento aplicado no branqueamento de papel [26, 27].

Para escolha do precursor na produção de geopolímeros é necessário considerar alguns parâmetros, como variação de tamanho de partículas, pureza e cristalinidade da caulinita. Portanto, quando adicionado as misturas o comportamento reológico e o grau de reação álcali- ativador serão afetados pela dispersão dessas partículas [26].

Vassalo [28] analisou a produção de um geopolímero composto por metacaulim ativado, sendo investigado o processamento deste material à temperatura ambiente e em estufa a 85 ± 3 °C por meio da ativação do metacaulim com hidróxido de sódio.

Os principais resultados obtidos indicaram que a ativação de soluções de hidróxido de sódio na concentração de 12 mol/L (considerando que 1 /mol/l de hidróxido de sódio corresponde a 40 g de massa molar) em duas condições de cura (ambiente e estufa) foi mais promissora comparada às concentrações de 15 mol/L e 18 mol/L (solução), pelo fato das amostras obtidas apresentarem características com menor perda de massa e menor perda de densidade [28].

Como mencionado anteriormente, a escolha do precursor para emprego na matriz geopolimérica é oriunda da fonte de íons de AI e Si, porém há outros fatores importante, como por exemplo o tamanho de partículas. Para obter melhor resposta na geopolimerização é necessário maior área específica do percursor, pois a solução ativadora irá interagir com mais eficácia, resultando em elementos reativos livres. Nesse caso, partículas em escalas nanométricas é desejável pelo fato de melhorar a durabilidade e o desempenho mecânico do produto final. A Figura 3.5 destaca o tamanho das partículas do metacaulim e de outras matérias-primas [29].



Figura 3.5 – Dimensões das partículas utilizadas na produção de concretos [29].

No estudo de Rocha [15] foi abordado o comportamento mecânico de argamassas geopoliméricas obtidas pelo precursor metacaulim, solução ativadora com diferentes fontes de íons de K⁺ e Na⁺ e areia como agregado miúdo. Foi mencionada a importância de caracterização inicial das matériasprimas para verificar o comportamento mecânico final. O metacaulim comercial utilizado foi caracterizado quanto a sua química, distribuição de tamanho de partículas e fases presentes.

A Figura 3.6 apresenta o difratograma do metacaulim comercial escolhido, sendo analisado as seguintes situações:



Figura 3.6 – DRX de metacaulim antes e após tratamento térmico [15]

i) MC - metacaulim antes de tratamento térmico: pode-se observar que picos característicos de caulinita e quartzo fases identificadas, evidenciando a calcinação incompleta e presença de impurezas. Para obter precursor predominantemente amorfo, foi necessário realizar tratamento térmicos e verificar a ocorrência de calcinação completa. Tais tratamentos foram conduzidos a 700°C (1h), 600°C (2h) e 500°C (3h).

 ii) MC-700°C (1h): não apresentou diferenças notáveis em comparação com a amostra sem tratamento térmico, sendo verificado picos de caulinita e quartzo

iii) MC-600°C (2h): apresenta somente um pico de caulinita e quartzo, resultando em um precursor predominantemente amorfo em comparação com as demais amostras de metacaulim pós tratamento térmico. Esse fato pode ser justificado devido a desordem estrutural provocada pela desidroxilação das folhas octaédricas do aluminossilicato. É desejável menor intensidade de picos característicos de fase cristalina, para que assim reflita em menor cristalinidade.

iv) MC-500°C (1h): apresenta diferenças notáveis em comparação com a amostra sem tratamento térmico, apresenta redução de picos de caulinita e

quartzo, porém em comparação com a amostra submetida ao tratamento de 600°C por 2h é menos eficaz em obter precursor mais reativo.

Rocha [15], ainda realizou a avaliação de maneira comparativa da resistência mecânica à compressão da argamassa composta por metacaulim (antes e após o tratamento térmico) e areia. A resistência mecânica à compressão uniaxial foi de 32,07MPa, 39,77MPa, 49,07MPa e 43,88MPa, respectivamente amostra MC, MC-500°C (3h), MC-600°C (2h) e MC-700°C (1h). Assim, pode -se notar que a amostra MC 600°C (2h) apresentou maior resistência em comparação com as demais amostras, ou seja, as características do material precursor influência diretamente no comportamento mecânico final do material proposto.

Em relação à produção do geopolímero é necessário o emprego de uma solução alcalina.

3.1.2 Ativadores Alcalinos

O processo para obter o geopolímero pode ser por álcali-ativação que apresenta similaridade à síntese dos polímeros orgânicos por meio de condensação e aplicação de materiais cimentícios suplementares [21,30].

Segundo os autores Jaarsveld et al. [20] e Palomo et al. [31], álcaliativação também é definida como processo químico que consegue transformar estruturas, parcialmente ou totalmente amorfas e/ou metaestáveis, em um compósito cimentante e bem compacto, sendo necessário uma fonte alcalina para dissolver certa quantidade de alumina e sílica, e hidrolisar a superfície das partículas das matérias-primas.

Soluções alcalinas podem ser denominadas ativadoras, dependem de um componente alcalino na forma aquosa, sendo mais comuns: hidróxidos de potássio, sódio e cálcio; silicatos de potássio e sódio; sulfatos ou carbonatos. O hidróxido resulta na alta alcalinidade à solução comparado ao silicato da solução, qual é uma fonte adicional de sílica (SiO₂) [20, 32].

Silva [33] analisou a síntese e caracterização de geopolímeros macroporosos utilizando o peróxido de hidrogênio como agente formador de poros, metacaulim como precursor e como solução ativadora abordou

composições de hidróxido em conjunto com silicatos, nesse caso hidróxido de potássio juntamente com silicato de potássio e hidróxido de sódio juntamente com silicato de sódio. Verificou a influência do cátion presente no ativador (K ou Na) e da molaridade da solução de hidróxido (entre 8 e 10 mol/L) nas propriedades dos geopolímeros.

Pode-se concluir que tanto o uso de hidróxido de potássio quanto o hidróxido de sódio resultaram na ativação alcalina das pastas, mas o emprego do potássio comparado ao sódio proporcionou melhor resistência mecânica das pastas geopoliméricas. Entretanto, o uso do sódio ainda é indicado na construção civil, pois ele também pode resultar em resistências mecânicas satisfatórias [33].

Em relação a facilidade de trabalhabilidade e menor viscosidade, destacase pastas compostas por potássio pelo fato de terem proporcionado em misturas maior razão H₂O/M₂O, que resultou em maior quantidade de poros e consequentemente menor densidade comparada ao uso de pastas ativadas por silicato e hidróxido de sódio. Em relação a molaridade das soluções compostas pelos hidróxidos de potássio e sódio, as de 8 mol/L quando comparada as de 10 mol/L resultaram em peças com maior quantidade de poros e menor densidade, o que é justificado pela produção de pastas menos viscosas que produzem material menos denso. Isso ocorre, pois, a menor a viscosidade da pasta viabiliza o efeito de coalescência, aumentando a interconexão dos poros [33].

Para ocorrer a síntese dos geopolímeros é necessário ativar os aluminossilicatos na condição que silicatos alcalinos e hidróxidos apresentem pH superior a 13 [34].

A importância dada ao estudo de ativadores na geopolimerização é justificada pelo papel desempenhado pelos mesmos, que apresenta efeito no desenvolvimento de resistência mecânica. Assim, a escolha para o melhor ativador depende do custo do material empregado e principalmente da sua reatividade [15].

Em relação a microestrutura e resistência à compressão dos geopolímeros, a concentração de hidróxido de sódio influencia na síntese dos geopolímeros e consequentemente no desempenho do mesmo. A concentração

16

de hidróxido de sódio na fase aquosa do sistema geopolimérico atua no processo de dissolução e na ligação de partículas sólidas na estrutura final [35, 36].

Essa tese propõe o uso de silicato e hidróxido de sódio na matriz geopolimérica, uma vez que a sílica não se dissolve rapidamente comparada a alumina, assim a alumina reage com a sílica presente nos ativadores, e dessa forma essa proposta pode ser vantajosa no processo de geopolimerização [37].

Para compreender o comportamento e as propriedades mecânicas dos geopolímeros é necessário analisar a composição e processamento da matriz geopolimérica.

3.1.3 Matriz geopolimérica

A relação de SiO₂ e Al₂O₃ têm influência direta na cinética de geopolimerização. Silva et al [38] reportou que este padrão pode influenciar o tempo de pega dos geopolímeros, assim como o desenvolvimento microestrutural e alta resistência mecânica inicial das amostras preparadas. No caso de geopolímeros, preparados com metacaulim e solução ativadora composta por silicato e hidróxido de sódio, pode-se notar que o aumento da razão de Si/Al reflete em maior tempo de ajuste na estrutura e na rigidez da pasta geopolimérica. Além disso, observou-se que para relações mais baixas de SiO₂ em comparação com Al₂O₃ resultaram em produtos de baixa resistência. Portanto, qualquer mudança nas concentrações de Si e Al disponíveis durante a síntese apresenta influência nas propriedades da matriz geopolimérica.

Aouan et al. [39] abordaram a otimização da resistência à compressão de geopolímeros à base de metacaulim e notaram que a concentração de NaOH na razão mássica de Na₂SiO₃ / NaOH pode influenciar de maneira significativa a resistência mecânica à compressão, além da relação de sólido/líquido, sendo sólido o material precursor (metacaulim) e líquido a solução ativadora (NaOH variando molaridade + solução comercial de Na₂SiO₃). Nesse estudo também avaliaram a influência de molaridade do NaOH presente na solução ativadora,

entre 10,12 e 14 mol/L, relação s/l entre 1,5; 2 e 2,5 e razão mássica Na₂SiO₃ / NaOH entre 1,5; 2 e 2,5.

Foi concluído que para maior valor de mol/L proveniente da solução ativadora, menor relação de s/l e maior razão mássica de Na₂SiO₃ / NaOH maior a resistência mecânica à compressão após a cura (aproximadamente 35MPa). E foi utilizado para menor valor de mol/L proveniente da solução ativadora, obteve-se resistência mecânica à compressão de apenas 6,66MPa [39].

Assim, pode-se salientar que a relação mássica de Na₂SiO₃ / NaOH tem um efeito significativo no desenvolvimento de resistência mecânica. Tal fato pode estar associado no aumento do teor de espécies de silício que promovem a reação de geopolimerização e formação do gel de aluminossilicato responsável pela consolidação da matriz. Conforme apresentado, a formação de um gel de silicato de alumina densamente amorfo, são características desejáveis para obter resistência mecânica à compressão inicial superior a 30MPa para geopolímeros obtidos por metacaulim e solução ativadora composta por silicato e hidróxido de sódio [39].

Outros fatores que influenciam na obtenção de resistência inicial e rigidez são as condições de cura, processo e o tipo de reagentes promissores como solução ativadora. No estudo de Bezerra et al. [40] foi avaliado os efeitos de fontes de sílica disponível como solução ativadora nas propriedades de ligante geopolimérico obtido por metacaulim. Analisou-se três tipos de solução ativadora, ambas com mesma base de hidróxido de sódio (solução 12M) variando fontes de sílica, proveniente de silicato de sódio, sílica ativa e suspensão de sílica coloidal. Tais soluções foram projetadas mantendo razão molar SiO₂/Al₂O₃ igual a 4 e H₂O/Na₂O igual a 15 e razão solução ativadora + água destilada extra/precursor entre 0,8-0,9. Para meio comparativo também foi realizada uma composição de referência, ou seja, sem variação de fonte de sílica aplicada em solução ativadora, somente atuação da solução ativadora de NaOH (12M).

Em relação a resistência mecânica à compressão, foram obtidos valores inferiores a 10MPa para composição de referência GP-ref, composição contendo silicato de sódio GP-SS e composição contendo sílica ativa GP-MS, respectivamente (GP-ref > GP-SS> GP-MS). A composição composta de sílica

coloidal (GP-CS~13,4MPa) alcançou valores de 13,4MPa. Esse fato pode estar associado a alta alcalinidade do meio, devido a maior quantidade de partículas de sílica reativa disponíveis para a dissolução do precursor, metacaulim, favorecendo a geopolimerização nessas condições. Outro ponto que pode ter influenciado no desempenho mecânico da composição CP-CS, é devido algumas características da suspensão sílica coloidal, como área superficial específica (250m²/g) e pH (~10,4) da suspensão coloidal, o que favoreceu a geopolimerização e a formação de oligômeros. Portanto, a adição de sílica coloidal é uma boa opção para o uso de solução ativadora em conjunto com solução de NaOH no preparo de geopolímeros [40].

Entretanto, esse comportamento não foi o mesmo para a análise de módulo de Young à frio, avaliados em 1,4,8,12 e 16 dias, onde a amostra referência apresentou maior rigidez em comparação com as demais: GP-ref (~4GPa) > GP-CS (~3GPa) > GP-MS (~2GPa) > GP-SS(~1,5GPa) após 1 dia de cura. Após essas etapas, os autores selecionaram as composições mais promissoras e analisaram seu desempenho termomecânico após tratamento térmico entre 200, 400, 800 e/ou 1000°C/5h. Os resultados demonstraram que a adição de sílica coloidal em conjunto como solução ativadora pode refletir em comportamento termomecânico adequado como boa estabilidade térmica e baixa porosidade (2,3%) para produção de geopolímeros submetidos a temperaturas elevadas [40].

Para compreender a reatividade dos elementos selecionados como promissores a obter matriz geopolimérica, é necessário analisar as fases presentes. O estudo de Zhang et al. [41] abordou as fases presentes em geopolímeros obtidos por metacaulim e solução ativadora composta por somente NaOH e/ou conjunto com silicato de sódio. Foi investigado o efeito do teor de NaOH isoladamente e/ou conjunto com silicato de sódio na formação de fases cristalinas da matriz geopolimérica; foi utilizada a técnica de difração de raios X em amostras em forma de pó. Os autores investigaram 7 possíveis composições que são apresentadas na Tabela 3.1.

O difratograma de raios X do metacaulim utilizado (Figura 3.7), mostra pequenas quantidades de estrutura cristalina de TiO₂ (anatase – 2,4%) e de

quartzo (SiO₂ – 0,6%), porém predominante amorfo, aproximadamente 97% de região amorfa [41].

Solução	Peso(g)			Composição dos elementos (%at)			
	NaOH	Na ₂ SiO ₃	H ₂ O	Si	AI	Na	H ₂ O
S1	9	0	55	4	4	2	29
S2	13,5	0	55	4	4	3	29
S3	18	0	55	4	4	4	29
S4	27	0	55	4	4	6	29
S5	13,5	30	30	5,4	4	4,3	24
S6	18	30	33	5,4	4	5,3	26
S7	0	30	36	5.4	4	1.3	27

Tabela 3.1 Composição das soluções de matrizes geopolímericas obtidas por metacaulim, do estudo de Zhang et al. [41].



Figura 3.7 – DRX de metacaulim predominantemente amorfo do estudo de Zhang et al. [41].

A Figura 3.8 apresenta o difratograma de raios X de composições geopoliméricas obtidas por metacaulim e solução ativadora composta por NaOH e Na₂SiO₃ em conjunto.

Os autores concluíram que a cristalização foi suprimida pela adição de silicato de sódio e hidróxido de sódio. Apesar das amostras S5 e S6 se diferenciarem pela razão Si/Na 1,25 e 1,02, respectivamente, após cura em temperatura ambiente para ambas, mostraram-se predominantemente amorfas, sendo considerado ~0,5% de quantidade de zeólita na amostra S6, em caso de exclusão das impurezas de anatase e quartzo [41].



Figura 3.8 – DRX de matrizes geopoliméricas obtidas por metacaulim e solução ativadora composta por silicato e hidróxido de sódio do estudo de Zhang et al [41].

Diferente das composições anteriores com ativadores NaOH e Na₂SiO₃ em conjunto, a Figura 3.9 (ab) apresenta o difratograma de raios X de matrizes geopoliméricas obtidas por metacaulim e solução ativadora exclusivamente composta por NaOH (S3 cura a 40°C 1,2 e 5 dias) e por Na₂SiO₃ (S7 cura em temperatura ambiente).

Nota-se que a amostra contendo exclusivamente silicato apresenta-se predominantemente amorfa enquanto a amostra contendo em sua solução ativadora exclusivamente hidróxido de sódio, apresenta fase cristalina (zeólita), confirmados pela análise microscópica, Figura 3.10 (a), que mostra a presença de cristais cúbicos de zeólita. Esse fato pode-se justificado pela razão molar entre Si/Na ser inferior em comparação com amostra S7, pois NaOH em excesso tende aumentar a taxa de cristalização e a proporção de fase cristalina.

Os autores observaram também que a matriz obtida por metacaulim e solução ativadora exclusivamente por silicato de sódio apresentou diversas partículas renascentes de metacaulim (Figura 3.10b) que não reagiram completamente evidenciando que a geopolimerização não se completou na amostra S7 [41].



Figura 3.9 – DRX de matrizes geopoliméricas obtidas por metacaulim e solução ativadora do estudo de Zhang et al. [41]: (a) S.A composta exclusivamente por hidróxido de sódio; (b) composta exclusivamente por silicato de sódio.



Figura 3.10 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica na superfície de fratura da amostra: (a) amostra S3 com solução ativadora composta por somente hidróxido de sódio; (b) amostra S7 com solução ativadora composta por somente silicato de sódio [41].

Diante desses relatos, compreende-se que geopolímeros representam uma alternativa de interesse na aplicação nas indústrias de construção civil.

3.1.4 Geopolímeros na construção civil

De acordo com Temporão [42], além da criação de novos materiais para atuarem na construção civil sustentável, busca-se também atuar na conservação e reabilitação de edifícios antigos. Em seu estudo o principal objetivo foi avaliar o uso de geopolímero e cal hidráulica natural na conservação de alvenarias antigas, nas quais o geopolímero foi utilizado como *grouts* e avaliou-se as propriedades no seu estado fresco e estado endurecido.

Grouts são suspensões concentradas de partículas ligantes em água que apresenta o propósito de preencher vazios no interior de uma alvenaria não conservada ou deteriorada. A Figura 3.11 ilustra a técnica de injeção de *grouts* [43].



Figura 3.11 – Exemplo de aplicação de técnica de injeção de grouts [43].

Para analisar o estado endurecido efetuou-se ensaios de massa volumétrica, resistência mecânica (tanto na flexão por tração como na compressão), comportamento na secagem, resistência à cloretos, absorção de água por capilaridade e porosidade aberta. Entretanto para analisar o estado fresco foi priorizado o ensaio de estabilidade e medições reológicas [42].

Com o intuito de avaliar as características e desempenho/comportamento dos *grouts* (à base de geopolímero e cal hidráulica natural) de injeção foram realizadas 5 formulações, sendo 1 comparativa sem atuação de geopolímero, ou seja, apenas composta por cal hidráulica natural, água e superplastificante (policarboxilato). As demais formulações foram estruturadas com cinzas volantes, ativador alcalino (hidróxido de sódio), superplastificante e foram inseridos de maneira crescente diferentes dosagens de geopolimero em substituição de cal hidráulica natural [42].

Após todos os ensaios realizados obteve-se como principais resultados que *grouts* à base de geopolímero e cal hidráulica natural apresentaram algumas vantagens com relação às propriedades no estado endurecido comparado ao *grouts* composto por 100% à base de geopolímero. Porém, quanto ao comportamento reológico, as composições geopoliméricas se destacaram em comparação às composições com adição de cal, concluindo-se de forma geral que *grouts* à base somente de geopolímeros também podem ser usados como uma alternativa viável para conservar/consolidar alvenarias antigas [42].

Viana [44] analisou o uso de vidro reciclado (na forma em pó e caco) em argamassas geopoliméricas, sendo usado o metacaulim como fonte de aluminossilicatos e silicato de sódio (Na2SiO3) juntamente com o hidróxido de sódio (NaOH), como solução alcalina ativadora. Os agregados constituintes da argamassa foram vidro na forma de pó e caco (Figura 3.12) com intuito de reduzir o teor de areia na argamassa.



Figura 3.12 – Agregado vítreo: (a) forma em pó obtido por trituração; (b) forma em cacos obtido por moagem [44].

Verificou-se que a argamassa composta por vidro apresentou boa trabalhabilidade com maior plasticidade comparada a amostra referência (sem vidro), além de valores superiores de resistência à tração na flexão e resistência à compressão. Portanto a utilização, de vidros reciclados como agregados permitiu a redução de utilização de recursos naturais em aplicações da construção civil [44].

No estudo de Cilla [45] foi investigado o emprego de duas rotas de processamento de geopolímero (poroso), denominadas *Gelcasting Route* (GCR) e *Gelcasting/Saponification/Peroxide Combined Route* (GCSPCR), visando a

obtenção de porosidade aberta,). foram utilizados surfactantes comerciais, e a reação de saponificação de um triglicerídeo em meio alcalino, para geração *in situ* do surfactante.

Durante o processamento GCR foram utilizados como precursores o metacaulim (calcinado a 750 °C período de 6h), metacaulim HP Ultra e cinza volante (classe F, malha #200). Como ativadores alcalinos foram empregados silicato de sódio e potássio, hidróxido de sódio comercial e granulados de hidróxido potássio (KOH). Dois surfactantes comerciais não iônicos foram utilizados para a estabilização das espumas úmidas: Twenn 80 (monooleato de polioxietileno 20 sorbitano) e Triton X-100 (polietileno glico-terc-octilfenil éter) [45].

Para o processamento GCSPCR foram utilizadas as mesmas matériasprimas empregadas no GCR, e como fonte de triglicerídeos usou-se diversos tipos de óleos para que assim contribuíssem para a formação de macroporos. [45]. De acordo com os resultados obtidos, esse estudo reportou a viabilidade de produção de geopolímeros altamente porosos com microestruturas homogêneas, células abertas e porosidade de até 85%vol, com propriedades físicas de um potencial substituto, de baixo custo, aos produtos cerâmicos utilizados como suporte de catalisador, adsorventes e para isolamento refratário de fornos.

Visto que o emprego de materiais geopoliméricos está crescente na construção civil e outros setores, fica intrigante analisar esse tipo de material na aplicação de elementos de estruturas leves, como placas de vedação.

3.2 Estruturas leves

O concreto leve é constituído por uma estrutura porosa de massa específica inferior à dos concretos tradicionais e são geralmente à base de ligante hidráulico, que quando seco em estufa (concreto endurecido) apresentam massa específica entre 0,8 e 2,0 -g/cm³. Eles podem ser classificados como: concreto com agregados leves, concreto celular e concreto sem finos, respectivamente, como ilustrado na Figura 3.13 [46, 47].



Figura 3.13 - Tipos de concreto leve: concreto composto por (a) agregados leves; (b) concreto celular e (c) concreto sem finos [47].

Em relação ao tipo de agregado, Gomes et al. [48], abordou o desenvolvimento de concreto leve por meio de agregados reciclados de resíduos de construção civil, provenientes de blocos vazados de concreto com EPS - Poliestireno expandido e blocos cerâmicos. Esse trabalho teve como objetivo avaliar a influência desses tipos de agregados no comportamento de concreto leve de cimento Portland no estado endurecido e estado fresco.

Os principais resultados mostraram que foi possível a obtenção de concretos leves, pelo fato de apresentarem massa específica abaixo do limite de 2,0 -g/cm³. No entanto, a resistência à compressão dos concretos com os dois tipos de agregados, não os classifica como concretos leves estruturais (mínimo 20- MPa), pois aos 28 dias as resistências variaram entre 9 e 13 MPa, indicando apenas aplicações para meios construtivos como blocos não estruturais e painéis [48].

Sartorti [49] abordou o comportamento dinâmico de lajes maciças de concreto leve estrutural preparadas com pérolas de EPS (CLEPE) como agregado leve, levando à uma redução de 50% do peso próprio comparado ao peso da laje constituída por concreto convencional (CC). Para comparação foram utilizados ensaios dinâmicos (frequência natural, amortecimento estrutural e modos de vibração) e paramétrica entre CLEPE e CC.

Foi verificado que o fator de amortecimento do CLEPE foi maior comparado ao do que o CC e, houve redução na rigidez do CLEPE, justificado pela diminuição da massa, influenciando na redução de frequências naturais das lajes. Além disso, lajes compostas por CLEPE apresentaram maior sensibilidade às vibrações. Diante disso, foi excluída a possibilidade de uso deste para material estrutural, mas comprovou-se que o uso dele deve ser sempre verificado em relação ao comportamento dinâmico [49].

A Figura 3.14 apresenta a imagem do CLEPE onde pode ser observado o aspecto de distribuição das pérolas de EPS na matriz envolvidas por pasta de cimento Portland e areia [50].



Figura 3.14 – Aparência do CLEPE endurecido [50].

Outros exemplos de aplicação de concretos leves na construção civil estão ilustrados nas imagens das Figuras 3.15 e 3.16.



Figura 3.15 – Painel de fechamento constituído por CLEPE [50].



Figura 3.16 – Painel de laje PI (formato duplo T) de CLEPE [50].

Perante o exposto pode-se observar que o setor da construção civil está sempre em desenvolvimento principalmente para maior sustentabilidade e diversidade de aplicações.

A aplicação de geopolímeros na indústria de construção civil vem ganhando espaço e esse resultado é proveniente de estudos das propriedades que o produto final possa apresentar. Vale ressaltar que nos concretos em geral, os agregados são muito importantes e considerados como um dos fatores que influenciam as características e aplicação do material (desempenho). Nesse sentido, agregados com baixa densidade são de grande interesse para serem utilizados na produção de elementos leves. Assim, a busca por agregados que possam interagir com maior adesão com a matriz, conferindo maior resistência mecânica, pode contribuir para o desenvolvimento de elementos estruturais leves a partir de concretos geopoliméricos.

3.3 Vermiculita

A vermiculita expandida vem ganhando espaço na aplicação em construção civil e na agricultura, material considerado aluminossilicato da família das micas, cujas propriedades são: baixa condutividade térmica e acústica que caracteriza seu excelente desempenho como isolante; inércia química; baixa densidade aparente (0,21 g/cm³) que a faz candidata para atuar como agregado leve [51].

Na indústria da construção civil há um alto consumo de agregados, e estes podem ser classificados conforme a origem (naturais ou artificiais), dimensão

(graúdo e miúdo) e densidade (pesados, normais e leves). Na classificação por densidade, a vermiculita é considerada um agregado leve [52].

A vermiculita apresenta estrutura micáceo-lamelar e clivagem basal. Sua estrutura é composta pelas intercalação de moléculas de água nas camadas de silício e alumínio, resultando no seu elevado índice de expansão. Esse comportamento é justificado pela camada de moléculas de água que (intercalam camadas de Al e Si na estrutural do mineral), quando aquecidas (temperaturas elevadas) de forma rápida, produz o aumento no volume do mineral, ou seja, ocorre o processo de expansão térmica que propicia à vermiculita expandida uma baixa densidade [53].

Esta correlação de propriedades, baixo valor de massa específica aparente e baixa condutividade térmica, com a granulometria, torna a vermiculita, que é biologicamente inerte e quimicamente ativa, versátil e atrativa para aplicações industriais em diversas áreas da construção civil, indústrias químicas, como elemento filtrante, agricultura, como contentor de nutrientes, entre outros [53].

Além da baixa densidade promovida pela água que se transforma em vapor no aquecimento de vermiculita natural, conferindo à vermiculita expandida propriedades isolantes acústicas e térmicas, ela também apresenta resistência ao fogo, resistência à formação de rachaduras e enrugamentos, elevada absorção de líquidos (devido a porosidade elevada), entre outras características [54]. As imagens da Figura 3.17 ilustram a diferença microestrutural de vermiculita natural e expandida.



Figura 3.17 – Fotografias de amostras de (a) vermiculita natural; (b) expandida [53].

Para a utilização de vermiculita deve-se considerar além da granulometria, a pureza do material. Para a horticultura a granulometria grosseira é de interesse para o cultivo de sementes e germinação das mesmas, por outro lado, para o ramo da construção civil busca-se material de granulometria fina, pois a vermiculita é aplicada com a finalidade de isolante acústico e térmico em alvenarias no formato de argamassas, aplicações justificadas pela redução da propagação sonora, com coeficiente de redução de ruído superior a 60% e a condutividade térmica do material de 0,05 W/mk a 25°C [55].

A variabilidade de aplicações da vermiculita em diversos setores faz com que seu uso esteja atualmente bastante disseminado, no entanto, existe a escassez de pesquisas de sua utilização em matrizes geopoliméricas, tornando esse agregado leve interessante para novos estudos e com a possibilidade de sua utilização na obtenção de placas e painéis de estruturas leves.

No que concerne estruturas leves, pesquisadores Medri et al. [56] realizaram um estudo de produção e caracterização de painéis leves à base de geopolímero, contendo agregado vermiculita expandida (diâmetro médio de 3 - mm e 10mm), metacaulim e pó de alumina como precursores, isoladamente, e uma solução comercial de polissilicato de potássio como ativador [56]. As composições dos painéis estudadas são apresentadas na Tabela 3.2.

Pó %p		p	Silicato de		Vermiculita	
Amostra	Metacaulim	Alumina	Potássio %p	%р	D (mm)	%р
V2 -Mk	24	-	47	9	3	20
V4 -Mk	26	-	53	-	10	21
V4 -AI	-	26	53	-	10	21

Tabela 3.2 – Composição dos painéis de vermiculita/geopolímeros estudados por Medri et al. [56]

Para tal estudo, os autores Medri et al. [56] confeccionaram 4 painéis (55 x 47 x 3 cm) para 3 diferentes composições que totalizaram 12 painéis (Figura 3.18). Foi observado que os elementos selecionados para produção de

30

painéis foram adequados e propiciaram características comparáveis as dos concretos leves convencionais ou celulares. Em relação à comparação do uso de metacaulim e alumina, os painéis compostos por alumina apresentaram maior desvio padrão do peso, justificado pela maior densidade comparado aos demais, além da presença de pó de alumina bruta e alta concentração de poros grandes na microestrutura (núcleos de partícula de alumina como enchimento e não reagindo), e maior valor de condutividade (0,26 -W/mK) comparada ao metacaulim (0,18 – 0,19 -W/mK).



Figura 3.18 – Exemplo de painéis produzidos com agregado vermiculita após a desmoldagem [56].

A inclusão do agregado leve, vermiculita, reduziu o peso específico do produto final e melhorou as propriedades de isolamento térmico na matriz geopolimérica. As composições selecionadas para a confecção dos painéis apresentaram boa trabalhabilidade. Baseados no equilíbrio entre propriedades térmicas e mecânicas, os autores Medri et al. [56] sugeriram a aplicação dos agregados leves de vermiculita em painéis isolantes pré-moldados de alta temperatura para meios estruturais de suporte de carga. As amostras contendo somente metacaulim como precursor, obtiveram resistência mecânica à compressão igual a 2 e 1MPa para diâmetro 3 e 10mm respectivamente, enquanto para resistência à flexão entre 2,4 e 1,2 MPa. Pode-se notar que o agregado em menor granulometria propiciou maior resistência à compressão e

flexão quando foi utilizado o metacaulim como precursor. Entretanto com o uso do precursor alumina, a vermiculita em granulometria maior favoreceu valores de resistência à compressão e flexão comparáveis com a amostra composta por metacaulim e vermiculita menor diâmetro, 1,2 MPa para resistência à compressão e 2,3 MPa para flexão.

Na pesquisa dos autores Medri et al. [56], no entanto, somente o silicato de potássio foi utilizado como ativador e praticamente não houve verificação da influência da proporção de agregado na mistura (20 e 21 %-peso), o que restringe os resultados sobre a reatividade dos agregados com a matriz (adesão) e da adequação da relação teor de agregado/matriz, para a otimização das características finais dos painéis.

Dessa forma, é interessante um estudo complementar no qual possa avaliar diferentes ativadores, o efeito de distintos teores de agregados (vermiculita), bem como se torna pertinente a utilização de outros agregados, que atendam o requisito de serem leves, tal qual o diatomito, que em concretos de baixa densidade de cimento Portland, compete com a utilização de vermiculita.

3.4 Diatomito

Terras diatomáceas são considerados materiais pozolânicos mais ativos que a cal, e possuem em sua composição a sílica amorfa, que contribui para alta reatividade comparada a sílica cristalina que apresenta baixa reatividade. Esse tipo de material é classificado como pozolana natural, apresenta porosidade [57-59].

Materiais pozonâlicos são abordados no mercado da construção com aplicação em concreto e argamassas, principalmente em construção de barragens e portos. Além disso, estes são mais econômicos quando comparados ao Cimento Portland e apresentam baixa taxa de desenvolvimento de calor e hidratação lenta [57].

Propriedades absorventes, estrutura porosa e permeável (elevada porosidade), baixa densidade e capacidade de absorção são as principais características do diatomito [60]. Por ser pouco abrasivo e apresentar inércia

32

química, ele encontra aplicação em revestimentos isolantes térmicos e acústicos, produção de cimento, fabricação de papel e borracha entre outros.

Harben e Kuzvart [61] definiram o diatomito como sendo um material poroso, leve com estrutura alveolar e encontrado em zonas de formação de lacustre ou marinha. Quando encontrado em ambientes aquosos fechados, apresenta-se em camadas finas ou camadas espessas intercaladas por lentes de argilas e usualmente tem-se como impurezas matéria orgânica, quartzo, óxido de ferro, magnésio, caulinita, carbonato de cálcio entre outros.

As impurezas presentes nesse tipo de material são utilizadas para a classificação da qualidade dos depósitos de diatomito (Tabela 3.3) [62].

Classificação	% Argila	% Matéria Orgânica	% Sílica	Característica
A	≤ 25	≤ 15	> 60	Considerada jazida de primeira qualidade
В	26 a 35	16 a 35	51 a 60	Economicamente aproveitável
С	> 35	> 30	< 50	Anti econômica em seu aproveitamento, sendo utilizada geralmente na construção civil

Tabela 3.3 – Classificação da qualidade de depósito de diatomito [62]

No estudo de Santos et al. [63] foi abordada a influência na resistência mecânica à compressão em função da adição de diatomito como aditivo em pasta geopolimérica. O metacaulim comercial e o diatomito foram utilizados como material precursor, apresentando teor de aluminossilicato de 92,94% e o diatomito possuía alta concentração de sílica e baixa de alumina comparado ao metacaulim comercial.

A proporção de diatomito adicionado à pasta geopoliméricoa foi calculada para manter a razão molar SiO₂/Al₂O₃ igual a 3,8, assim foram realizadas 4 composições, a primeira sem adição de diatomito para meios comparativo de referência, nas demais composições foi adicionado diatomito nas seguintes

proporções: 0,5%; 1,0% e 1,5%. Uma vez que modo de preparado da pasta geopolimérica pode influenciar diretamente nas propriedades físico-mecânicas, os autores optaram por dissolver o hidróxido de potássio no silicato de potássio em béquer até obter homogeneidade da solução ativadora. Em seguida, a solução ativadora foi vertida em um misturador, e o metacaulim e/ou adição de diatomito foram misturados e homogeneizados com o líquido. As pastas foram curadas a temperatura ambiente e a análise de resistência mecânica à compressão ocorreu para 1, 2 e 7 dias de cura [63].

Os resultados obtidos demonstraram que independente do percentual adicionado de diatomito na pasta geopolimérica houve um ganho de resistência mecânica à compressão em comparação com a composição referência (sem diatomito), sendo crescente conforme o percentual adicionado e o tempo de cura analisado. Para análise de 7 dias de cura para 1,5% de diatomito observou-se que a resistência foi de 31 MPa, resultando no geopolímero mais resistente em comparação com os demais (aumento de 67%). Tal aumento pode estar associado à área superficial do diatomito, que por ser um mineral de baixa massa específica e elevada área superficial específica, sua presença resultou no aumento de resistência mecânica à compressão, devido a maior reatividade do mineral com a solução ativadora, tal fato pode ocasionar a formação do gel aluminossilicato alcalino com cadeias poliméricas extensas [63].

O estudo de Souza [60] verificou a influência de adição de diatomito e tipos diferentes de precursor no comportamento de resistência mecânica à compressão por 1, 7, 14 e 21 dias de cura. As pastas geopoliméricas foram preparadas com dois tipos de metacaulim, denominados português (MP) e industrial (MI). Foi analisada a adição de diatomito mantendo-se a relação de SiO₂/Al₂O₃ igual a 3,0:1; 3,5:1 e 4,5:1, para metacaulim indutrial (MI) em conjunto com diatomito, e para metacaulim Português (MP) em conjunto com diatomito, e para metacaulim Português (MP) em conjunto com diatomito, e para metacaulim Português (MP) em conjunto com diatomito, e para metacaulim Português (MP) em conjunto com diatomito calcinado a 550°C em teores de 50, 25 e 12,5%. Para fins comparativos, pastas geopoliméricas obtidas por somente metacaulim português (sem diatomito) e somente metacaulim industrial (Argical-M 1200S), foi mantida a relação de SiO₂/Al₂O₃ igual a 3,5:1. Ambas as amostras foram curadas a 50 °C por 24h e posteriormente à temperatura ambiente. A solução ativadora foi obtida pela mistura de silicato e hidróxido de sódio.

As amostras preparadas exclusivamente com precursor metacaulim Português apresentaram resistência mecânica à compressão 12,5 MPa para 21 dias de cura para a amostra composta por MP e 1,5 MPa para a amostra composta por MI, evidenciando a melhor qualidade do metaculim MP (maior reatividade, possivelmente devido ao grau de amorficidade) [60].

Para amostras com adição de diatomito, os autores observaram que aumentando a razão molar de SiO₂/Al₂O₃ houve aumento na resistência mecânica. Já em relação aos teores de diatomito, esse mesmo comportamento foi observado, isto é, aumentando a razão molar de SiO₂/Al₂O₃ também houve aumento na resistência mecânica, porém quanto maior o teor de diatomito menor a resistência (12,5 > 25% > 50%), o que implicava em alguma saturação [60].

Diante disso, a adição controlada de diatomito e ajustes com o tipo de precursor, solução ativadora, condição de análise (diatomito calcinado ou não), e razão molar SiO₂/Al₂O₃, são fatores que influenciam processo de geopolimerização e nas propriedades físico-mecânicas de pastas geopoliméricas, portanto o diatomito é um candidato para futuras investigações e com potencial para ser utilizado como fonte alternativa de sílica na obtenção de estruturas leves geopoliméricas.

Além do diatomito, também é pertinente analisar outros agregados que possam contribuir na composição de geopolímeros para a obtenção de estruturas leves e nesse caso é interessante o emprego de zeólitas pelo fato de apresentarem característica química similar aos geopolímeros e baixa densidade.

3.5 Zeólitas

As zeólitas apresentam estruturas tridimensionais e são definidas como aluminossilicatos hidratados naturais ou sintéticos, compostos por átomos de alumínio e silício ligados por átomos de oxigênio, dispostos na estrutura cristalina em unidades de tetraedros de alumínio – oxigênio (AIO4) e tetraedros de silícios -oxigênio (SiO4), respectivamente (Figura 3.19) [64].



Figura 3.19 – Estrutura molecular da zeólita [65].

Na Figura 3.19, pode-se observar que o átomo de alumínio está ligado a quatro átomos de oxigênio, resultando em uma carga negativa e a mesma precisa ser balanceada por cargas positivas de cátions nos canais. Os vários tipos de zeólitas existentes são oriundas da variação das ligações entre os tetraedros e a Equação 3.2 é referente a fórmula geral da composição da zeólita [66-68]:

$$M_{x/n}[(AlO_2)_X(SiO_2)_y]_m H_2 0$$
(3.2)

onde M é o contra íon positivo de valência +n que equilibra a carga negativa devido aos x grupos (AlO₂). A relação y/x representa a relação Si/Al, e é um parâmetro de extrema importância para descrever as propriedades das zeólitas. A soma (x+y) representa o número total de tetraedros na célula unitária da zeólita e m representa a quantidade de moléculas de água.

Zeólitas constituem um grupo de minerais naturais que exibem adsorção reversível de água e capacidade de troca iônica. Tem-se origem de nome grego onde *zeo* significa que ebuli e *lithos* significa pedra [69].

As unidades secundárias de construção são anéis oriundos da união de unidades primárias de construção (tetraedros). As zeólitas apresentam baixa densidade comparada aos outros silicatos, devido aos espaços vazios provenientes da disposição das unidades secundárias de construção, pois estas podem acarretar em cavidades e formar canais que resultam em espaços vazios com vários formatos e dimensões [64, 70-74].

Os materiais zeolíticos são conhecidos como peneiras moleculares devido aos espaços vazios na estrutura. Estes materiais apresentam microporos com abertura de até 2 nm e possuem estruturas com cavidades e canais de dimensões moleculares que confere uma estrutura porosa. Com superfície externa menor comparada à interna, estes canais apresentam a possibilidade de adsorção de moléculas menores que o diâmetro dos espaços [64,70,72,74, 75].

Há presente na literatura vários tipos de zeólitas, porém a classificação base é dada em naturais e sintéticas. Pela classificação de sintéticas há mais de 236 tipos que são diferenciados pelos procedimentos, mas também pelo material de partida, como exemplo: argilominerais que são subprodutos com cinzas volantes, minerais do grupo de silicato, vidro vulcânico, entre outros [76, 77].

As zeólitas naturais são definidas como grupo de material cristalino composto por tectoaluminossilicato hidratados naturais que apresentam composição química similar às argilas, mas com estrutura tridimensional. Para estes materiais tem-se que a maioria são depósitos decorrentes de tufos (depósitos de cinzas vulcanoclásticos), visto que vidros vulcânicos são considerados como matéria-prima para composição de zeólitas naturais; outros exemplos de matérias-primas são: aluminossilicatos amorfos, sílica biogênica, montmorilonita, entre outras [71, 78-80].

As zeólitas, apesar de serem quimicamente similares aos geopolímeros, com base em uma composição do tipo Na₂Al₂Si₃O₁₀.2H₂O, apresentam uma ordenação da estrutura interna diferente, visto que elas são cristalinas, enquanto os geopolímeros apresentam estrutura amorfa [81].

Esse tipo de material encontra diversas aplicações, inclusive na construção civil, mas não há relatos da sua utilização em matriz geopolimérica.

Dessa forma, é interessante um estudo complementar de outros agregados que atendam o requisito de serem leves, como exemplo a perlita expandida. Há poucos estudos relatados sobre seu uso em matrizes geopoliméricas leves em materiais de construção civil

3.6 Perlita

Perlita é um agregado inorgânico, composto por alumino-ssilicato amorfos, constituído aproximadamente de 70-80% de SiO₂, oriundo de rochas efusivas densas, vítreas, com alto teor de água (2 a 5%) e estrutura interna

composta de anéis concêntricos. Pode ser aplicada no ambiente industrial, assim como na construção civil. Apresenta baixa densidade (<2g/cm³), o que influência na sua aplicação em obter materiais de construção civil leve, assim como baixa inflamabilidade podendo ser aplicado em ambientes que desejam isolamento térmico e acústico, baixo custo e abundante no ambiente [82-83].

O estudo de Karakas et al. [84] analisou o comportamento físico-mecânico de argamassa geopoliméricas leve, obtidas pelo agregado perlita bruto e/ou expandida para duas situações, em substituição parcial e/ou total da areia fina. O geopolímero teve como precursor cinza volante e solução de hidróxido de sódio atuando como solução ativadora. Para obter uma boa trabalhabilidade da mistura, utilizou-se plastificante a base de éter policarboxílico, a proporção adotada para agregado/ligante foi igual a 3. Foram analisadas a absorção de água e porosidade aparente pelo método de imersão em água baseado no princípio de Arquimedes, além de análise de resistência mecânica à compressão e flexão em amostras curadas a 75°C em 24 e 48h.

Foram avaliadas 12 misturas (variando entre 20, 40, 60, 80 e 100%peso de agregado), separadas em dois grupos de referência. O primeiro grupo abordando a substituição parcial da areia e o segundo grupo substituição total da areia. A adição do agregado perlita seja na forma bruta ou expandida na substituição total e/ou parcial da areia, reduziu o peso unitário da argamassa geopolimérica; nesse caso a argamassa composta por areia apresentou 2,21 g/cm³ e as demais composições apresentaram valores inferiores a 1,84 g/cm³. Outro ponto observado pelos autores foi a análise da substituição total da areia pela perlita expandida que apresentou 0,88g/cm³ enquanto a substituição total da areia pela perlita bruta foi de 1,75g/cm³ [84].

Em relação a absorção de água e porosidade aparente, pode-se notar que o uso de perlita expandida apresentou maior percentual, respectivamente 43,3% e 48,4%, respectivamente, em comparação com as demais amostras. Já a argamassa com 100% de areia, 7,4% e 15,1% e argamassa com 100% de perlita bruta, respectivamente 8,8 e 15,5%. Esses resultados já eram esperados, visto que a perlita expandida apresenta estrutura interna porosa em comparação a perlita bruta [84].

38

Quanto a resistência mecânica à compressão e flexão das argamassas geopoliméricas, pode-se notar que quanto maior tempo de cura térmica, na qual as amostras eram submetidas (48 hs), maiores valores de resistência à compressão e flexão foram obtidos. Esse fato pode estar relacionado com o tempo de síntese do geopolímeros. A resistência mecânica à compressão e flexão em 48h de cura térmica foi maior para argamassa geopolimérica contendo somente agregado areia, 49,1MPa, seguido por argamassa geopolimérica contendo somente agregado perlita bruta, 27,3MPa e em seguida a argamassa geopolimérica contendo somente agregado perlita bruta, 27,3MPa e em seguida a argamassa geopolimérica contendo somente agregado perlita bruta, 27,3MPa e em seguida a argamassa geopolimérica contendo somente agregado perlita bruta, 27,3MPa e em seguida a argamassa geopolimérica contendo somente agregado perlita bruta, 27,3MPa e maiores para amostra composta por somente agregado perlita expandida [84].

O estudo dos autores Raschad et.al. [85] analisou o comportamento físico mecânico de argamassas leves álcali-ativadas obtidas por agregado perlita expandida. Foram analisados 2 tipos de ligantes em 100% em massa, cimento Portland -CP e escória álcali-ativada EAA isoladamente, e 2 tipos de ligantes em 50% peso em conjunto com a escória álcali-ativada, metacaulim-M e cinza volante-CV. Para fins de comparação, o agregado perlita expandida foi substituído por areia nos traços de CP e EAA.

O processo de mistura consistiu em adicionar os precursores ou ligantes com os agregados e após essa mistura, foi adicionado água e solução de silicato de sódio em 35% em peso do precursor. Para o traço contendo CP não foi adicionado a solução de silicato de sódio; obteve-se argamassa com adição de água.

As amostras compostas por CP e/ou EAA com adição de areia silicosa apresentaram maiores valores de densidade entre 7 e 28 dias de análise, entre1,9 a 2 g/cm³. E, em relação a resistência mecânica à compressão, tais amostras apresentaram maiores valores em comparação com as amostras com adição de perlita expandida, 23 e 29 MPa para 7 e 28 dias, respectivamente.

Ao adicionar o agregado perlita nas demais composições observou-se redução da densidade do produto final, de maneira geral, entre 0,8-0,7 g/cm³ para 7 e 28 dias. Tal resultado influenciou na obtenção de argamassa leve. Entretanto, conforme a proporção de agregado aumentava, reduzia significantemente a resistência à compressão [85].

A adição de perlita apresentou pequena modificação na resistência à compressão, nesse caso, a redução está associada ao tipo de precursor abordado. Ao adicionar o metacaulim no precursor EAA, observou-se menor redução de resistência em comparação com a adição de cinza volante. Esse fato pela reatividade mais lenta da cinza volante adicionada ao EAA, em comparação a reatividade do metacaulim adicionado [85].

Relatos do uso de perlita em geopolímeros são limitados na literatura, e visto que para obter materiais de construção civil leve, ela seria boa opção para atender a essa demanda.

Em vista de todas as considerações espera-se contribuir para o desenvolvimento de placas leves de vedação com base geopolimérica, como alternativa às placas de Cimento Portland, de forma a propor composições e adequações dos agregados leves. Em adição, gerar contribuições que possam ampliar os conhecimentos científicos dessa classe de materiais geopoliméricos com a avaliação de agregados que ainda não foram tão explorados para essa aplicação e que possam apresentar ou não reatividade na interface matriz/agregado.

4 METODOLOGIA

Nesse capítulo são descritas as etapas essenciais do plano experimental de tese, que teve como principal objetivo de desenvolver concreto geopolimérico (ligante + agregados) obtido por agregados leve (vermiculita; perlita; diatomito; zeólita) e verificar a viabilidade em elementos de construção civil, placas de concreto leve de vedação.

4.1 Materiais

Para o desenvolvimento dessa tese os principais materiais abordados estão disponíveis na Tabela 4.1.

Componente para obter o precursor	Componente para obter a solução ativadora	Agregados de estudo	Material comparativo
		Vermiculita	Placa leve de
Caulim coloidal	Hidróxido de Sódio	Perlita	vedação composta
		Diatomito	por Cimento Portland
	Silicato de Sódio	Zeólita	

Em relação ao ligante metacaulim, esse foi obtido pela calcinação do argilomineral caulinita (caulim coloidal, Minasolo Brasil) na faixa de temperatura controlada de 700 a 800°C por 6h. Essas condições são normalmente utilizadas como padrão de produção de geopolímeros pelo fato de conter alta taxa de dissolução ao meio alcalino e facilidade no controle de relação SiO₂/Al₂O₃.

Conforme Soares et al. [86] silicatos de sódio e hidróxido de sódio em conjunto são considerados como solução ativadora referência, por ser mais usual em geopolímeros, e devido a contribuição da resistência à compressão inicial que estes proporcionam em comparação a solução ativadora com somente silicato ou hidróxido. Para esse estudo foi preparada uma solução ativadora composta de solução de hidróxido de sódio 12M e solução silicato de sódio 12M na proporção de 1:1. O hidróxido de sódio foi empregado em escamas (Êxodo) e o silicato de sódio em pó (Êxodo) que apresenta razão mássica de SiO₂/Na₂O igual a 3,3. Para o uso dos agregados inicialmente variou o teor e a granulometria desses materiais, mas devido aos resultados preliminares (disponíveis no Apêndice A) apresentou baixa resistência inicial para teor superior 5 % em peso da matriz geopolimérica, optou-se pelo teor de 5% em peso da matriz geopolimérica. Para esse estudo foram analisados 2 tipos de granulometrias: 6 mm e 2 mm. Foi possível obter esta classificação do diâmetro por meio de curva granulométrica obtida pelo ensaio de peneiramento segundo a NBR 7211 e para a classificação de agregado leve conforme a norma britânica BS EM 13055-1.

Para meio comparativo em relação a densidade e resistência ao fogo, analisou-se também uma placa leve de vedação comercial composta por cimento Portland disponível no mercado de construção civil.



A Figura 4.1 dispõe um fluxograma de etapas realizadas

Figura 4.1 – Fluxograma metodológico.

A caracterização inicial dos materiais foi conduzida com a finalidade de verificar as composições químicas e fases cristalinas (ensaios físico-químicos e mineralógicos) do precursor metacaulim (considerado componente padrão) e

dos agregados (vermiculita, diatomito, perlita e zeólita). Além disso, foi efetuada a caracterização inicial da solução ativadora composta de hidróxido de sódio e silicato de sódio.

Para a análise do precursor efetuou-se análise de difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX), B.E.T para determinar respectivamente fases presentes, relação de SiO₂/Al₂O₃ e área superficial específica; no caso dos agregados análise de FRX, curva granulométrica e densidade por picnometria de He; e no caso a solução ativadora efetuou-se caracterização pela análise de pH e espectroscopia infravermelho por transformada de Fourier (F.T.I.R).

A segunda etapa constou do preparo de amostras de concreto geopolimérico, e nesse caso, foram utilizados dois moldes para confecção de amostras, cilíndrico (50mm x 25mm) e prismático (150 mm x 25 mm x 25 mm).

A terceira etapa está relacionada à caracterização e análise de propriedades físico-mecânicas. Para comprovar a viabilidade dos agregados selecionados como promissores em resultar concreto leve, foi realizada a comparação com a amostra de referência sem adição de agregado: *i*) tempo de pega do geopolímero de referência; *ii*) absorção à água, densidade aparente, porosidade aparente e porosidade total; *iii*) porosimetria por intrusão de Hg e ensaio de permeabilidade; *iv*) resistência à compressão, resistência à flexão 3 pontos e módulo de Young a frio em 1 dia, 7 dias, 14 dias e 28 dias; *v*) DRX, FRX e F.T.I.R.

A quarta etapa abordou a caracterização microestrutural na interface matriz/agregado por duas técnicas, microscopia eletrônica de varredura – MEV e microscopia confocal. A quinta e sexta etapas constituíram do ensaio de envelhecimento acelerado por duas técnicas, exposição à radiação ultravioleta e imersão/secagem, com a finalidade de avaliar a durabilidade das amostras na evolução do módulo Young à frio por período de 50 dias. Na sétima etapa realizou-se novamente a caracterização microestrutural na interface matriz/agregado pós envelhecimento acelerado abordado na quinta etapa.

Na oitava e nona etapa foram preparadas placas de matriz geopolimérica por vertimento e vibração, cura e caracterização (resistência ao fogo e densidade aparente). Análise comparativa das características físico-mecânicas das placas

produzidas (geopoliméricas) com as características de placas de estrutura leve comercial.

4.2 Método

4.2.1 Preparo de amostras

As composições estudadas foram baseadas no estudo de Medri [56] que também buscou o desenvolvimento de estruturas leves. Vale ressaltar, que estas sofreram ajustes, em função de resultados preliminares, pois foi utilizado o método de vertimento e vibração para a conformação de corpos de prova, o que exigiu alteração no teor de %peso de agregado.

A solução ativadora composta por solução de hidróxido de sódio e silicato de sódio na proporção 1:1 apresentou alguma particularidade em seu preparo. Para a obtenção da solução de 12M de hidróxido de sódio foi necessário 24h de antecedência ao preparo de amostras, devido a reação exotérmica. Já no preparo da solução de 12M de silicato de sódio foi necessário o uso de misturador de bancada para obter homogeneidade da mistura.

Para esse estudo adotou-se como na relação a/c (água/cimento), a relação l/s (líquido/sólido), neste caso líquido representado pela solução ativadora e sólido representado pelo precursor. É indicado para produção de geopolimeros uma l/s faixa entre 0,2-1,0 conforme estudo de Shi [87]. Assim, esse estudo adotou a relação de l/s igual a 0,8. As composições dos concretos geopolimérico estão apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Composições elaboradas para o preparo dos concretos geopoliméricos.

Amostra	Precursor	Solução			Α	grega (%p)	dos		
	(%p)	ativadora (%p)		V	D		Р		z
		(*****	%р	Tipo	%р	%р	Tipo	%р	Tipo
R	55,60	44,40	0		0	0		0	
V1	55,60	44,40	5	1					
V2	55,60	44,40	5	2					
D	55,60	44,40			5				
P1	55,60	44,40				5	1		
P2	55,60	44,40				5	2		
Z1	55,60	44,40						5	1
Z2	55,60	44,40						5	2
Nota: nomenclatura de amostra é representada sequencialmente: Agregado utilizado; Tipo de granulometria do agregado empregado.									

Para melhor compreensão de abreviação das composições representadas na Tabela 4.2 é necessário compreender a nomenclatura das amostras:

- Agregado utilizado: vermiculita representada por V, diatomito representado por D, perlita representado por P e zeólita representado por Z;
- Tipo de granulometria do agregado utilizado está disponível na Tabela
 4.3: tipo 1 e 2.

T I I 40 E		~ 1	. ~	
Tabela 4 3 – Exemi	nlificacao da n	omearao das ro	mnosicoes a ser	em estudadas
	piniouçuo uu ri	omeayao aas oo	mp03iç003 û 30i	cin colududo.

Agregados	Tipo em função	da Granulometria (mm)			
	Tipo 1	Tipo 2			
Vermiculita					
Perlita	6	2			
Zeólita					
Diatomito*					
* diâmetro igual a 0,045mm (agregado miúdo)					

As amostras foram obtidas pelo processamento em misturador planetário de alta energia (solotest, Brasil) por 15min. Após a homogeneização do ativador com o precursor de forma a se obter uma massa homogênea e isenta de grumos de metacaulim, foram adicionados os agregados. A mistura foi vertida em moldes para obtenção de amostras cilíndricas, conforme Figura 4.2 e prismática,

conforme Figura 4.3. As quais foram moldadas sob vibração durante 10min para eliminar bolhas de ar da amostra, curadas em temperatura ambiente e protegidas com plástico filme.



Figura 4.2 – Exemplos de amostras cilíndricas dos concretos geopoliméricos, sequencialmente: V₂, V₁, P₂, P₁, Z₂, Z₁ e D.



Figura 4.3 – Exemplos de algumas amostras prismáticas dos concretos geopoliméricos.

As amostras foram desmoldadas e inseridas em recipientes herméticos onde permaneceram, também à temperatura ambiente, até os períodos de análise. Foram caracterizadas nas idades de 1, 7, 14 e 28 dias seguindo os mesmos períodos de caracterização empregados para os artefatos de cimento Portland (exceto 1d). Todo esse procedimento de preparo de amostra foi repetido posteriormente para a confecção de placas com dimensões de 16 cm de
comprimento, 10 cm de largura e 1,4 cm de espessura (espessura compatível com placas comerciais de cimento Portland).

4.2.2 Caracterização e análise de propriedades físico-mecânicas

Para avaliar as características do concreto geopolimérico e comparar com os comerciais existente no mercado compostas por cimento Portland foram realizados os seguintes ensaios:

i) Tempo de pega

Para esse ensaio foi necessário realizar após o preparo da pasta geopolimérica (amostra de referência sem presença de agregado em sua composição) e foi realizado seguindo a ABNT NBR 16607- Cimento Portland - determinação dos tempos de pega [88], pelo fato da ausência de normas para geopolímeros. Com o auxílio da agulha de vicat (Solotest) (ver Figura 4.4) foi possível determinar o tempo de pega, pela análise de tempo versus profundidade de perfuração na pasta geopolimérica.



Figura 4.4 – Ensaio de tempo de pega com auxílio da agulha de vicat [89].

ii) Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA), Densidade Aparente (DA)e Porosidade total (PT)

As medidas de AA, PA e DA foram realizadas pela técnica de imersão em água baseada no Princípio de Arquimedes, conforme as Equações 4.1, 4.2 e 4.3.

A porosidade total foi realizada conforme estudo de Shão et al. [90], de acordo com a Equação 4.4.

Procedimento: os corpos-de-prova secos em estufa a 110ºC (massa seca - Ms), seguidamente submersos em água (por 24 horas) à temperatura ambiente, para obter as medidas de massa imersa Mi (com o corpo de prova suspenso dentro da água) massa úmida Mu (enxugando levemente sua superfície para retirada do excesso de água).

$$AA (\% massa) = \frac{Mu - Ms}{Ms} x100$$
(4.1)

$$PA(\%volume) = \frac{Mu - Ms}{Mu - Mi} \times 100$$
(4.2)

$$DA \left(\frac{g}{cm^3}\right) = \frac{Ms}{Mu - Mi} x \, \text{Págua} \tag{4.3}$$

$$PT (\%volume) = 1 - \frac{(DA)}{(D)} x100$$
(4.4)

onde: $p_{\dot{a}gua}$ representa a densidade do fluído de imersão (água)

Para esse ensaio foi utilizado amostras cilíndricas e além disso, realizouse o ensaio de densidade aparente das placas de concreto geopolimérico

iii) Porosimetria por intrusão de Hg e ensaio de permeabilidade

A distribuição de tamanho de poros foi avaliada por porosimetria por intrusão de Hg, com a utilização do porosímetro da American Instrument Co., modelo 5-7118 (faixa de 0 a 5000 Psi). Para esse ensaio foram utilizadas amostras provenientes de moldes cilíndricos. Esse tipo de técnica permite determinar a distribuição de tamanho de poros em materiais sólidos por meio da relação de elevada pressão e volume de Hg para penetrar nas amostras e reportar a estimativa desses diâmetros.

Ensaio de permeabilidade ocorreu pelo método de vacum-decay (permeâmetro), as amostras foram submetidas em estufas para retirar umidade.

48

Nesse caso para não provocar alteração nas propriedades de análise do material de estudo respeitou-se temperatura inferior à 40°C e, posteriormente, armazenadas em dessecador até o momento de ensaio, pois qualquer umidade poderia levar alteração da permeabilidade do ar.

Para efetividade no ensaio, as amostras precisam apresentar faces livre de qualquer impedimento de passagem do fluxo de ar, visto que esse tipo de ensaio é caracterizado pelo transporte entre faces no meio poroso. Caso o material apresente qualquer face com película, é indicado o corte da face, assim para este estudo foi necessário realizar o corte das faces superiores e inferiores de todas as amostras, retirando aproximadamente 1mm de material de cada face.

 iv) Resistência mecânica à compressão axial, resistência mecânica à flexão 3 pontos e módulo de Young à frio

O ensaio de resistência mecânica à compressão axial foi baseado na ABNT NBR 5739- Concreto: ensaio de compressão de amostras cilíndricas [91], conforme equação 4.4:

$$fc(MPa) = \frac{4.F}{\pi D^2}$$
(4.4)

onde fc representa à compressão em MPa, F indica o valor da força máxima alcançada em N, e D simboliza o diâmetro da amostra em mm.

Para esse ensaio foram analisadas somente amostras cilíndricas com relação h/d (altura/diâmetro) igual a 2, assim, não foi necessário multiplicar a força máxima - F por um fator de correção.

Posteriormente a esse ensaio, ocorreu análise de resistência à flexão de 3 pontos com base na ABNT NBR 12142 [92] em amostras prismáticas, conforme equação 4.5:

$$MRF = \frac{3}{2} \cdot \frac{P.L}{b.h^2} x0,098066$$
 MPa (4.5)

onde:

• P = carga de ruptura (kgf);

- L = distância entre os apoios (cm);
- b = largura do corpo de prova (cm);
- h = altura (espessura) do corpo de prova (cm).

Em sequência foi realizado o ensaio de módulo de Young à frio (temperatura ambiente) com base na ASTM E1876-15 [93], este método implica em medir o módulo de Young por meio da frequência de ressonância no modo de vibração flexural das amostras. Com auxílio do equipamento RFDA HT1600, as amostras prismáticas foram analisadas antes e após o ensaio de envelhecimento acelerado nas condições de 7, 14, 28 e 50 dias.

Para todos esses ensaios foram analisados 5 corpos de prova para cada composição e os resultados obtidos representados por um resultado médio e desvio padrão.

 v) Análise de difração de raios X, fluorescência de raios X e espectroscopia infravermelho por transformada de Fourier

As técnicas de DRX e FRX foram selecionadas para analisar as características microestruturais, como fases presentes, composição química do precursor, agregados e concretos geopolimérico. A técnica de FTIR foi abordada com intuito de verificar as ligações químicas presente na solução ativadora, precursor e concreto geopolimérico.

A análise de DRX foi efetivada com auxílio de um equipamento Bruker D8 Focus, radiação CuK α [λ = 1.5418 Å], utilizando filtro de níquel, 40mA, 40mV e passo igual a 0,02°.

As análises de FRX foram realizadas em um espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva (EDX-720) que permitiu análise qualitativa e quantitativa dos elementos de estudo. Este equipamento opera entre 5-50kV e 1-1000uA, e as medidas foram realizadas em amostras em pó.

Os espectros da espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier foram obtidos por meio amostras em pó (exceto solução ativadora), que foram inseridas em um espectrômetro Spectrum (Perkin Elmer) e refletância difusa.

vi) Caracterização microestrutural

As análises microestruturais foram realizadas nas interfaces matriz/agregado e detalhes da morfologia dos poros (isolados e/ou interconectados) antes e após envelhecimento acelerado. Para isso foi necessário realizar: (a) Microscopia Eletrônica de Varredura - Philips XL-30 FEG; (b) Microscopia Confocal de Fluorescência por Varredura a Laser em um microscópio Olympus LEXT OLS 4000.

vii) Envelhecimento Acelerado

Este tipo de ensaio tem a finalidade de prever resultados com o tempo de utilização do material e a ocorrência de defeitos durante à exposição e intempéries climáticos; auxilia na prevenção de que ocorram riscos. Essa análise é recomendada para esse tipo de material, uma vez que esses produtos são enviados ao mercado consumidor imediatamente após a fabricação (demanda comercial) e está sujeito a variações com o tempo de utilização.

Para obter tal resultado foi preciso esquematizar dois testes de envelhecimento com o objetivo de propor resultados comparativos considerando a durabilidade do material. Ambos por envelhecimento acelerado: i) radiação ultravioleta (somente um ciclo de 50 dias para simulação de um ano); ii) imersão e secagem sequenciais conforme NBR 15498 [94], que envolve a imersão dos corpos de prova em água deionizada por 18 horas seguido de secagem por 6 h em estufa a 60 ± 5 -°C, repetidamente por 50 ciclos, o que equivale simulação de um ano.

viii) Resistência ao Fogo

Segundo a NBR 15498 [94] para analisar a resistência ao fogo de placas, (Figura 4.5) é necessário atender os requisitos da Norma ISO 1182, que é aplicada à verificação de incombustibilidade do produto final (não propagar chama).



Figura 4.5 – Análise de ensaio de resistência ao fogo: (a) amostra antes do ensaio; (b) estrutura de ensaio de resistência ao fogo

O ensaio consiste em analisar a face oposta ao contato com fogo por período mínimo de 1h (devido ao tipo de agregado, leve) não podendo ser excedida a temperatura de 120°C. Para realizar a medição de temperatura foi necessário o uso de multímetro (termopar) em escala de temperatura em °C. Conforme Perná et al. [95] considera-se bom desempenho como antifogo quando a temperatura de 120°C é atingida somente após 2h de contato com fogo.

O Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar disponibilizou a infraestrutura necessária para a preparação e caracterização de amostras deste estudo. Dentre as principais necessidades e equipamentos, destacaram-se: porosímetro de Hg; máquina de ensaios universal Instron; microscópio confocal e eletrônico de varredura, DRX, FRX (Laboratório de Caracterização Estrutural-LCE); ensaio de módulo de Young à frio (Grupo de Estudos Multidisciplinares em Engenharia Cerâmica -GEMEC/UFSCar); FTIR (Laboratório de Materiais Vítreos – LaMaV/UFSCar).

Demais materiais permanentes e de consumo, balanças, agitadores, moldes, estufa, serras diamantadas, vidrarias e outros também se encontravam disponíveis para a realização dos experimentos no Laboratório de Formulação e Síntese Cerâmica (LAFSCer).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização inicial dos materiais

Precursor

Obteve-se metacaulim pela calcinação da caulinita, nesse caso caulim coloidal. Conforme mencionado na literatura [39-41], é desejado um precursor predominantemente amorfo para aumentar a reatividade com a solução ativadora, e para esse estudo comparou-se a condição de calcinação em duas temperaturas diferentes, 750°C/6h e 800°C/6h, com intuito de observar qual temperatura resultaria em maior percentual de fase amorfa.

Por meio da técnica de DRX pode-se analisar as fases presentes conforme a Figura 5.1 e com auxílio do software X'Pert e Origin foi possível determinar o percentual de fase amorfa para as duas temperaturas de análises.



Figura 5.1 – Difratograma de raios X do caulim antes e após calcinação a 750°C e 800°C.

Conforme a Figura 5.1, pode-se notar fase caulinita e quartzo presente com maior intensidade no caulim após a calcinação a 750°C/6h verificou-se que

o metacaulim apresenta picos de menor intensidade das mesmas fases identificadas anteriormente. A calcinação a 750°C/6h foi mais eficiente em reduzir percentual de região cristalina, visto que essa apresentou maior percentual de fase amorfa em comparação ao calcinado à 800°C, sequencialmente 83 e 80%. Foi possível observar que o metacaulim produzido em menor temperatura se apresenta predominantemente amorfo, visto que perdeu os grupos -OH de sua estrutura cristalina, exibindo picos de menor intensidade característicos de cristais de quartzo e caulinita. A presença de formação de fase cristalina com maior intensidade no metacaulim calcinado à 800°C, justifica o menor percentual de região amorfa.

Por meio da técnica de FRX foi possível quantificar os elementos presentes do material precursor. Assim, foi possível verificar a relação SiO₂/Al₂O₃ (Tabela 5.1), conforme Davidovits [18] esta relação implica na resistência, comportamento e aplicação do geopolímero.

Tabela 5.1 – Composição química e relação de SiO₂/Al₂O₃ do precursor de estudo.

Precursor	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Outros	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ *	M ₂ O/ Al ₂ O ₃ *
Metacaulim	47,66	49,943		1,258	1,139	1,62	0,027
*Razão Molar							
$M_2O = (Na_2O + K_2)$	2 O)						

A área superficial dos materiais nas duas condições de calcinação (750 e 800°C) foi determinada pela análise de B.E.T. Conforme os dados expostos na Tabela 5.2, o metacaulim produzido pela calcinação à 750°C apresenta maior área específica em comparação à 800°C. Lot et al. [96] reportaram que a maior área específica do precursor contribui para aumentar a taxa de dissolução provocada pela solução ativadora, ou seja, favoreceu o desenvolvimento de geopolímeros com otimizada resistência mecânica. Por esta razão, a matéria-prima escolhida foi calcinada à 750°C e adotada como padrão para produção dos concretos.

Área superficial específica (m²/g)					
Antes da calcinação	8,659				
Após calcinação à 750°C	9,662				
Após calcinação à 800°C	9,584				

Tabela 5.2 Área superficial específica para caulim coloidal e metacaulim.

Para verificar a evolução estrutural do metacaulim foi realizada análise de espectroscopia de infravermelho de Fourier – FTIR. A Figura 5.2 indica que as bandas a 1048 e 794cm⁻¹ correspondem as vibrações assimétricas do tipo *stretching* de ligação T-O-T (T= Al ou Si). A banda compreendida entre 400-500 cm⁻¹ caracteriza a vibração assimétrica do tipo *bending* de ligação Si-O. Resultados similares foram encontrados no estudo de Catauro et al. [97].



Figura 5.2 – Espectros de ATR-FTIR para o precursor de estudo

Os espectros de FTIR demonstraram vibrações e ligações típicas de aluminossilicato, conforme a Tabela 5.3.

Tabela 5.3 – Análise do espectro de FTIR do material precursor de estudo.

Comprimento de onda (cm ⁻¹)	Interpretação		
1048	Vibração do tipo stretching Si-O		
427	Vibração do tipo bending Si-O		
794	Vibração do tipo stretching AI-O		

Agregados

Por meio da técnica de FRX foi possível quantificar os elementos presentes dos agregados e também verificar a relação SiO₂/Al₂O₃ (Tabela 5.4), com intuito de analisar a possível interação dos agregados com a matriz geopolimérica.

Agregados	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ *
Vermiculita	34,91	20,991	-	7,329	23,404	11,327	2,039	2,83
Diatomito	54,064	40,856	0,019	3,429	0,791	0,532	0,309	2,25
Perlita	69,793	18,323	1,264	7,78	1,409	0,068	1,363	6,47
Zeólita	71,577	16,292	0,616	3,636	1,822	0,548	5,509	7,47
*Razão Molar								

Tabela 5.4 – Composição química dos agregados de estudo

Conforme a Figura 5.3, é possível verificar que os agregados vermiculita e zeólita apresentam uniformidade em seus diâmetros, já o agregado perlita é considerado como material graduado, ou seja, apresenta extensão nos valores de faixa dos diâmetros. O agregado diatomito não se enquadra para este tipo de ensaio, visto que este apresenta uma granulometria muito fina com diâmetro médio equivalente igual à 0,045mm.



Figura 5.3 – Curva granulométrica dos agregados utilizados para a preparação dos concretos geopoliméricos.

Para classificar os agregados em leve conforme a sua densidade real foi realizado o ensaio de picnometria de He (AccuPyc 1330, Micromeritics) para confirmar informações presente no material comercial. Os resultados são apresentados Tabela 5.5.

Tabela 5.5 – Densidade real dos agregados utilizados para a preparação dos concretos geopoliméricos.

Agregado	Picnometria de He (kg/m ³)	Informação Comercial (kg/m ³)
Vermiculita	1.985	2.200
Diatomito	1.930	3.300
Perlita	1.368	1.100
Zeólita	1.220	2.000

Por meio da análise obtida de picnometria de He, pode-se notar as diferenças nos dados em comparação às informações comerciais, visto que resultados obtidos experimentalmente os classificariam como agregados leves.

Solução ativadora - SA

Para conseguir realizar a dissolução do precursor é desejável uma solução ativadora com pH superior a 13 [34]. Para essa análise, por meio da técnica de tira universal de pH, a solução preparada atendeu o critério, com pH em torno de 14.

Estudos preliminares (apêndice A) foram realizados para determinar o melhor modo para o preparo do concreto geopolimérico. Assim observou-se que o procedimento ideal para se obter a solução ativadora foi utilizar a solução de 12M de silicato de sódio dissolvido em água, ao invés de ser dissolvido na solução de 12M de hidróxido de sódio, o que corroborou com a maior resistência mecânica à compressão pós cura.

Para compreender as ligações químicas presentes na solução ativadora, analisou-se espectro de FTIR, este disposto na Figura 5.4.



Figura 5.4 – Espectro de infravermelho de Fourier da solução ativadora.

Conforme o espectro disponível na Figura 5.4 foi possível identificar a presença de ligação O-H proveniente da molécula de H₂O, compreendido na faixa de comprimento de onda 1462 – 3817 cm⁻¹, o que já era esperado, visto que foi utilizada como elemento base para solução ativadora. A banda compreendida entre 487-1350 cm⁻¹ confirma a presença de ligação Si-O-Si, a qual pode apresentar uma diversidade de espécies de sílica dissolvidas no meio alcalino. Este fato pode favorecer a formação de estruturas geopoliméricas mais complexas e maior eficiência de reação de geopolimerização.

5.2 Caracterização e análise de propriedades dos geopolímeros

Para verificar o comportamento de enrijecimento da pasta geopolimérica, foi realizado o ensaio de tempo de pega por agulha de vicat na amostra de referência; tal ensaio é usualmente aplicado para avaliação de pasta composta de cimento. O intuito foi observar a o tempo de cura (cinética) do enrijecimento dos materiais da composição da matriz. Obteve-se tempo de pega de 2h, confirmando que o metacaulim e solução ativadora selecionados podem ser considerados como boa opção de matriz geopolimérica, visto o rápido endurecimento.

Tais resultados em relação ao favorecimento da geopolimerização foram encontrados nos estudos de Palomo et al. [98] relataram que solução ativadora composta por silicatos alcalinos (exemplo, silicato de sódio), influenciam na geopolimerização em comparação às soluções compostas exclusivamente por hidróxidos alcalinos, pois os íons de silicato favorecem a formação do gel – geopolimerização resultando em uma pasta geopolimérica mais viscosa.

Para verificar a viabilidade da adição dos agregados na aplicação de concreto leve, foi realizada a comparação com uma amostra referência, ou seja, sem adição de agregados.

Na Tabela 5.6 são apresentados os dados de absorção a água, porosidade aparente, densidade aparente e porosidade total dos concretos. A amostra de referência apresenta densidade inferior a 2g/cm³ e os agregados utilizados contribuíram ainda mais para a redução de densidade, atendendo o critério para concreto leve. Além disso, os agregados com maior diâmetro resultaram em menor densidade aparente (exceto diatomito, pois não foi realizado comparação de granulometria).

Amostra/Análise	AA (%)	PA (%)	DA (g/cm ³)	PT (%)
R	11,44	19,07	1,67	41,73
V ₁	13,41	17,76	1,35	54,60
V ₂	15,00	20,54	1,38	53,78
D	14,42	23,43	1,62	44,54
P1	13,80	17,44	1,27	46,27
P ₂	14,43	19,20	1,33	43,72
Z1	13,20	21,39	1,62	26,97
Z ₂	11,32	18,71	1,65	25,46

Tabela 5.6 – Absorção à água, porosidade aparente, densidade aparente e porosidade total dos concretos geopoliméricos.

Obs.: os números representam o tipo de granulometria dos agregados de estudo, 1 representa 6mm e 2 representa 2mm

Os agregados proporcionaram aumento de absorção de água o que já era esperado, visto que estes constituem cerca de 5% em peso do geopolímero e são consideravelmente porosos. A absorção de água dos agregados influencia na trabalhabilidade do concreto (relação l/s) e na durabilidade do mesmo. Diante disso, essa análise contribuiu para melhor compreensão das propriedades mecânicas finais dos concretos de estudo.

Conforme Mesquita [99], normalmente a porosidade pode influenciar na redução dos valores das propriedades mecânicas dos materiais. Segundo os resultados apresentados na Tabela 5.6, pode-se notar que de maneira geral para menor granulometria maior absorção de água, maior porosidade aparente e menor porosidade total do concreto, exceto concreto composto de diatomito (não apresenta comparação de granulometria). Também foi possível observar que a incorporação dos agregados contribuiu no aumento de porosidade total comparado a amostra de referência, exceto amostra composta por zeólita.

Para maior compreensão em relação a porosidade e distribuição de tamanho dos poros dos concretos geopoliméricos, realizou-se análise de porosimetria por intrusão de Hg e obteve-se como principal resultado que as amostras analisadas, sem exceção, atingiram o limite do equipamento de 5000psi, ou seja, elas apresentaram diâmetro na faixa inferior a 0,075 um.

Conforme os dados expostos na Tabela 5.6, também ficou comprovado a existência de poros presentes nos concretos, então ambos ensaios foram refeitos, mas mantiveram os mesmos resultados. Provavelmente os concretos apresentam além de poros abertos, conforme Tabela 5.6, poros fechados internamente na matriz. Os geopolímeros possuem tendência a formar porosidade fechada, tal fato justificaria as dificuldades em realizar o ensaio de porosimetria por intrusão de Hg.

Para melhor entendimento as amostras foram submetidas ao ensaio de permeabilidade pelo método de vacum-decay (permeâmetro), conforme descrito no capítulo de metodologia, qual aborda o conceito que quanto maior for a porcentagem de porosidade do material, menor número de pontos são coletados durante o ensaio, devido à rápida recuperação da pressão, que nesse caso, resulta em dados imprecisos. Como principal resultado da análise, sem exceção de amostra, não foi possível coletar dados precisos, o que enfatiza o argumento de existência de poros contido no material, porém em sua grande maioria fechados.

A Figura 5.5 apresenta os valores de resistência à compressão das amostras cilíndricas (Figura 5.6) de 1 dia de cura até 28 dias de cura. As



amostras R, D, Z₂ e Z₁ apresentaram maior resistência a compressão após a cura, respectivamente 38,31; 35,96; 31,49; 26,45 MPa.

Figura 5.5- Valores de resistência à compressão e razão molar de SiO₂/Al₂O₃ M/Al₂O₃ dos concretos de estudo.

Obs.: os valores apresentados correspondem à média de 5 amostras por traço.



Figura 5.6 – Amostras submetidas ao ensaio de compressão: (a) composição com vermiculita; (b) composição com zeólita; (c) composição com perlita; (d) composição com diatomito.

Os agregados de estudo, de fato interagiram com a matriz geopolimérica, visto que esses contribuíram para o aumento da relação Si0₂/Al₂O₃ em comparação a amostra de referência R. Além do tipo de agregado, a granulometria também influenciou no aumento de resistência mecânica à compressão e na razão molar Si0₂/Al₂O₃. Esse aumento ocorreu com a redução do diâmetro dos agregados.

A razão molar Si0₂/Al₂O₃ manteve-se dentro do intervalo 1,80< Si0₂/Al₂O₃ < 2,3. Pode-se observar que para menor relação obteve-se maior resistência à compressão inicial, conforme os dados das amostras R, Z₁₋₂ e D, respectivamente, razão molar-resistência: 1,88-38,31 MPa; 1,88-26,45 MPa; 1,95-31,49 MPa; 1,93-35,96 MPa. As demais amostras apresentaram razão molar superior a 1,93 e resistência mecânica inferior a 26 MPa.

Considerando os dados expostos na Figura 5.5 com os dados obtidos na Tabela 5.6, pode-se notar que o argumento de maior porosidade menor valor na resistência mecânica se aplica para esse caso, visto que as amostras com maiores valores de resistência mecânica à compressão inicial (RMC) apresentaram menor valor de porosidade total (PT) em comparação com as amostras de estudo (RMC: $R > D > Z_2 > Z_1 > P_2 > V_2 > P_1 > V_1$).

A razão molar M/Al₂O₃ manteve-se dentro do intervalo 0,37< M/Al₂O₃ < 0,53, e pode-se observar que para menor relação obteve-se maior resistência à compressão inicial, conforme os dados comparados com a amostra de referência: $R > Z_2 > Z_1$; $R > P_2 > P_1$; R > D; $R > V_2$; $R > V_1$.

De maneira geral esse fato se aplica também para menor diâmetro de agregado, exceto na comparação com amostras compostas por vermiculita, que nesse caso a amostra V₂ apresentou menor diâmetro comparado a amostra V₁, maior resistência mecânica inicial e razão molar de M/Al₂O₃.

A pesquisa desenvolvida por Medri et al. [56] também relatou que para menor granulometria de agregado vermiculita na matriz geopolimérica, maior resistência mecânica à compressão devido ao aspecto da vermiculita. Para esse estudo ambos os tipos de granulometria (6mm e 2mm) do agregado vermiculita apresentaram resistência mecânica à compressão inicial (pós cura V₁ -6,55MPa e V₂-11,92MPa) e final (após 28 dias de cura V₁ -10,55MPa e V₂-11,02MPa) superiores ao estudo de Medri et al. [56] com 2MPa.

Após 28 dias de cura as amostras apresentaram aumento na resistência mecânica à compressão, mantendo o mesmo resultado comparativo com 1 dia de cura: amostras R, D, Z_2 e Z_1 apresentaram maior resistência a compressão, respectivamente 39,24; 31,92; 29,29 e 21,65 MPa.

A Figura 5.7 apresenta os resultados do ensaio de resistência à flexão em 3 pontos das amostras prismáticas (Figura 5.8) nas idades de 1, 7, 14 e 28 dias de cura. As amostras R, D, Z₁ e Z₂ apresentaram resistência inicial e final com valores comparáveis e até superiores aos obtidos por Castro [100] para uma amostra composta por cimento Portland de alta resistência inicial, tida como referência, que foram de 5,37-7,15 MPa entre 1-28 dias de cura.





Pode-se notar a diferença nos valores obtidos pela resistência à compressão e flexão em 3 pontos. Normalmente a resistência à flexão do concreto apresenta ordem de 15% - 20% (esses valores não são uma regra absoluta e podem variar significativamente) de sua resistência à compressão, este fato é justificado pela heterogeneidade e complexidade destes materiais e ao distinto estado de tensão [101].



Figura 5.8 - Exemplo de ensaio à flexão em 3 pontos de amostra prismática *versus* rompimento no centro da amostra de concreto composto com vermiculita.

Além disso, pode-se também observar que ao adicionar os agregados vermiculita e perlita na matriz, houve uma redução significativa na resistência à flexão em 3 pontos comparados à amostra de referência, esse resultado já era esperado, visto que a adição desses agregados também resultou em baixa resistência mecânica à compressão, conforme os resultados apresentados na Figura 5.5.

A Figura 5.9 demonstra a evolução do módulo de Young dos concretos nas idades de 1, 7, 14, 28 e 50 dias de cura. As amostras D, Z₁, R e Z₂ apresentaram maior módulo de Young após à cura (1 dia de cura), respectivamente 10,07 GPa; 9,98 GPa; 8,59 GPa e 7,71 GPa (Módulo de Young pós cura: D>Z₁>R>Z₂>V₂>V₁>P₂>P₁). A adição de diatomito e zeólita resultaram no aumento do módulo elástico em comparação a amostra de referência R (amostra sem adição de agregado).

Pode-se notar que ao longo do tempo ocorreu o aumento nos valores de módulo de Young para todas as amostras e além disso, as mesmas amostras que obtiveram maiores valores pós cura (1 dia de cura) também apresentaram após 50 dias de cura, amostras R, D, Z₁ e Z₂, respectivamente 12,67GPa; 12,04GPa; 11,28GPa e 9,66GPa. (Módulo Young após 50 dias de cura: R>D> $Z_1>Z_2>V_2>V_1>P_2>P_1$).

Esses resultados já eram esperados, visto que as analises anteriores mantiveram estas amostras como maiores resistência à compressão e flexão em 3 pontos.





Obs.: os valores apresentados correspondem à média de 5 amostras por traço

Conforme a Figura 5.10 as amostras de concretos apresentaram perfil típico de geopolímero obtido por metacaulim, uma matriz amorfa contendo fases cristalinas residuais [40], ou seja, apresentaram característica semi-cristalina. A amostra referência R (sem adição de agregado), apresenta caráter amorfo em comparação com as demais. Algumas composições apresentam maior quantidade e intensidade fases cristalinas, como as amostras compostas por vermiculita e perlita, tais resultados puderam influenciar na resistência mecânica das amostras, visto que era desejável material predominantemente amorfo.



DRX – Figura 5.10- Difratograma de raios X dos concretos geopoliméricos de estudo: • quartzo – SiO₂ (ICSD 000174), ◊ zeólita – Ca_{0.5}(AISiO₄) (ICSD 081067),
* cristobalita – SiO₂ (ICSD 075487).

Os resultados das análises FTIR dos concretos de estudos expostos na Figura 5.11 identificaram estruturas moleculares específicas e características dos geopolímeros, como Si-O, Si-O-Si, Al-O-Si, assim como também foi possível observar a ocorrência de geopolimerização.

As bandas localizadas em aproximadamente 3351cm⁻¹ e 1657cm⁻¹ apresentam vibração de ligações O-H respectivamente do tipo *stretching* e bending, e retratam a presença de água que foi utilizada no preparo das amostras, neste caso, encontram-se absorvidas na superfície do material.

A banda próxima de 977cm⁻¹ evidencia a ocorrência de geopolimerização (vibração do tipo T-O-T no precursor, onde T=Si ou Al) para faixa de maior comprimento de onda [102].

As bandas localizadas entre 977cm⁻¹ e 400cm⁻¹ retratam vibrações assimétricas do tipo *stretching* de ligação Si-O-Si e Si-O-Al [103].



Figura 5.11 – Espectros de FTIR dos concretos geopoliméricos.

Para verificar correlação com as propriedades obtidas para cada amostra, estas foram submetidas ao ensaio de análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura e confocal, com intuito de analisar a morfologia e aderência do agregado na matriz (interface agregado/matriz). Inicialmente analisou-se a amostra referência (Figura 5.12 e Figura 5.13).

Conforme a Figura 5.12 a amostra de referência apresenta poros e microfissuras dispersos na matriz, levando a uma matriz heterogênea com presença de partículas de metacaulim que não reagiram (indicado pelo círculo verde Figura 5.12.a). Este fato pode conduzir a uma estrutura porosa e conforme a Figura 5.12(a-c) a morfologia com trincas pequenas em excesso e poros pode retratar geopolimerização atrasada.

Segundo Yuan et al. [104], o atraso na geopolimerização pode ser justificado por duas hipóteses: *i*) processo de ativação rápida nas primeiras idades, em que o gel de aluminossilicato formado pode envolver as partículas de metacaulim que não reagiram, e impedir parcialmente a dissolução pelo ativador alcalino; *ii*) processo de ativação lento nas primeiras idades, o qual pode ser atribuído ao baixo teor de álcalis para realizar a geopolimerização.

Para este estudo a primeira hipótese pode ser vista como a principal causa, devido alguns fatores: *i*) tempo de cura conforme ensaio de tempo de pega em 2h; *ii*) ganho de resistência mecânica inicial (compressão), conforme Figura 5.5, em apenas 24 horas de cura a amostra referência apresentou 38,31MPa; *iii*) conforme a Figura 5.12(b) a presença de poros com microfissuras retrata característica de secagem rápida.



Figura 5.12- Micrografia da superfície de fratura da amostra referência R por microscopia eletrônica de varredura: (a) 200x; (b) 500x; (c) 35x.

Conforme a Figura 5.13 é possível confirmar a presença de poros dispersos na matriz geopolimérica da amostra de referência. Para as análises de microscopia confocal e por microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas superfícies de fratura, e conforme visto na Figura 5.13, foi possível observar que os poros dispersos, tal qual observados na Figura 5.12, apresentam formato regular (arredondado).



Figura 5.13- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura amostra referência.

Os poros apresentam comprimento dentro da faixa de 0,5 – 0,2 mm e profundidade de aproximadamente 0,19 mm. Foi possível coletar estes dados pela técnica de profile measurement do software LEXT disponível para análise de confocal. Pode-se concluir que os poros da amostra de referência não estão interconectados (poros fechados), este fato pode estar relacionado à ausência de trincas em ambas as superfícies (superior e inferior), e também à profundidade dos poros inferior a 1 mm proveniente de amostra com espessura de aproximadamente 10mm.

Amostra de concreto geopolimérico de vermiculita – V_1 e V_2 : análise na superfície de fratura.

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por vermiculita com principal diferença no diâmetro do agregado, sendo amostra V₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostra V₂ composta por agregado com diâmetro de 2mm.

As características microestruturais da amostra V₁ estão apresentadas na Figura 5.14 e Figura 5.15, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.14 foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados), sendo eles fechados ou abertos (Figura 5.14.f seta vermelha). Este fato pode estar relacionado à técnica de processamento ao inserir o agregado a matriz, visto que este tipo de agregado apresenta "lâminas, ou camadas", ou seja, estrutura lamelar, que induz vazios em sua morfologia favorecendo redução do peso específico do concreto final. Também foi possível observar que a matriz geopolimérica apresenta uma região homogênea contendo poros isolados e partículas remanescentes de metacaulim não dissolvidos, caracterizados pela presença de constituintes em formato de placas.

Esta característica do agregado favoreceu de fato a redução do peso específico do concreto final em comparação a amostra de referência, conforme demonstra a Tabela 5.6, redução de aproximadamente 19,20%, mas também favoreceu na redução de resistência à compressão inicial (após cura de 1 dia) e final (após 28 dias) em comparação a amostra referência, respectivamente, 83% e 73%.

A Figura 5.14a (200x) apresenta agregado aderido à matriz, porém de acordo com o aumento e local de análise, é possível visualizar também vazios próximos à interface matriz/agregado (indicado pela seta azul). Esses vazios ficam evidentes pela diferença de nível deixado na mostra, indicado pelo círculo amarelo na Figura 5.14b (200). Vale ressaltar, que tal região pode ter sido formada pelo despendimento de material da matriz durante a fratura, expondo os agregados.



Figura 5.14- Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto V₁ por microscopia eletrônica de varredura: (a) 200x; (b) 200x; (c) 35x; (d)35x; (e) 400x; (f) 35x.

Conforme a Figura 5.15 é possível confirmar a presença de poros de formato regular (arredondado) dispersos na matriz geopolimérica. Comprimento e profundidade dos poros estão dentro da mesma faixa de tamanhos obtidos na amostra de referência e essas dimensões se repetiram em todos os concretos assim propagou-se para todos os concretos estudados.



Figura 5.15- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto V₁.

As características microestruturais da amostra do concreto V₂ estão apresentadas na Figura 5.16 e Figura 5.17, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.16 foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados) (Figura 5.16.c-d seta vermelha). Este fato pode estar relacionado à técnica de processamento ao inserir o agregado a matriz, visto que este tipo de agregado apresenta "lâminas, ou camadas", ou seja, estrutura lamelar, que induz vazios em sua morfologia favorecendo redução do peso específico do concreto final, independentemente do tamanho do agregado, conforme observado também no concreto V₁.

Esta característica do agregado favoreceu de fato a redução do peso específico do concreto final em comparação a amostra de referência, conforme demonstra a Tabela 5.6, redução de aproximadamente 17,40%, mas também favoreceu a redução de resistência à compressão inicial (após cura de 1 dia) e final (após 28 dias) em comparação a amostra referência, respectivamente 69% e 72%.

A Figura 5.16b (35x) apresenta partículas de metacaulim que não reagiram, porém não excluem o fato de que a geopolimerização ocorreu nesse tipo de concreto. Conforme os dados de FTIR (Figura 5.11) e a presença de microfissuras no interior dos poros, possivelmente ocorreu o processo de ativação rápida nas primeiras idades, conforme relatado para a amostra de referência.

Para este tipo de concreto V₂, observou mais agregados dispersos na matriz (Figura 5.16.c-34x) para o mesmo traço de concreto, visto que menor granulometria, maior volume de agregado em comparação ao concreto V₁ (Figura 5.14.d -35x).



Figura 5.16- Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto V₂ por microscopia eletrônica de varredura: (a) 200x; (b) 35x; (c) 34x; (d)35x.

Conforme a Figura 5.17 é possível confirmar a presença de poros de formato regular (arredondados) dispersos na matriz geopolimérica e agregados mais próximos em comparação a Figura 5.15 (concreto V₁)., uma vez que foi utilizado um maior volume de agregado devido ao menor tamanho. Comprimento e profundidade dos poros, como já mencionado, estão dentro da faixa de dimensões observadas para amostra de referência.



Figura 5.17- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto V₂.

Amostra de concreto geopolimérico de diatomito – D: análise na superfície de fratura

As características microestruturais do concreto com diatomito estão apresentadas na Figura 5.18 e Figura 5.19, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.18 foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados-seta vermelha). Esse fato pode estar relacionado à técnica de processamento, neste caso moldadas sob vibração durante 10 min para evitar bolhas de ar na amostra; tempo que pode não ter sido suficiente. No entanto, a presença desses poros dispersos na matriz não favoreceu de maneira intensa a redução do peso específico do concreto final, comparativamente à amostra de referência, conforme os dados dispostos na Tabela 5.6, uma redução de aproximadamente 3%. Por outro lado, a presença dos vazios também não afetou drasticamente a resistência à compressão. Os valores, comparados aos da amostra de referência, tanto inicial (após 1 dia de cura) quanto final (após 28 dias de cura) mostraram uma redução inferior a 20% (respectivamente 6,14% e 16,6%), indicando que pode ter ocorrido maior reatividade do diatomito quando comparado ao agregado vermiculita.

A Figura 5.18a (200x) apresenta algumas partículas de metacaulim que não reagiram e conforme os dados de FTIR (Figura 5.11) e a presença de microfissuras no interior dos poros é indicativo do processo de ativação rápida nas primeiras idades, conforme relatado na amostra de referência R.



Figura 5.18- Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto D por microscopia eletrônica de varredura: (a) 200x; (b) 35x; (c) 36x.

Conforme a Figura 5.19 é possível confirmar a presença de poros arredondados dispersos na matriz geopolimérica de diversas dimensões, mas de comprimento dentro da faixa de 0,5–0,2 mm e profundidade de aproximadamente 0,19 mm conforme observados para a amostra referência.



Figura 5.19- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto D.

Amostra de concreto geopolimérico de perlita – P_1 e P_2 : análise na superfície de fratura

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por perlita, com principal diferença no diâmetro do agregado, sendo amostra P₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras P₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

As características microestruturais da amostra P1 estão apresentadas na Figura 5.20 e Figura 5.21, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.20, que apresenta micrografias com diferentes ampliações (35-200x), foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados) e irregular, sejam abertos e/ou interconectados (Figura 5.20a indicado pela seta vermelha) e fechados (Figura 5.20a seta azul). Além disso, observou-se presença de trincas e vazios na interface matriz/agregado, geopolímero-perlita (seta verde).

Este fato pode estar relacionado à técnica de processamento ao inserir o agregado a matriz, visto que este tipo de agregado apresenta vazios em sua morfologia (Figura 5.20d) qual favoreceu na redução do peso específico do concreto final.

Esta característica do agregado favoreceu de fato a redução do peso específico do concreto final em comparação a amostra de referência, conforme demonstra a Tabela 5.6, redução de aproximadamente 24%, mas também causou uma redução de resistência à compressão inicial (após cura de 1 dia) e final (após 28 dias) em comparação a amostra referência, respectivamente 73,22% e 70,20%.



Figura 5.20- Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto P₁ por microscopia eletrônica de varredura: (a-b-c) 35x; (d)200x.

Conforme a Figura 5.21 é possível confirmar a presença de poros (seta azul) e agregados dispersos na matriz geopolimérica. Para as análises de microscopia confocal e por microscopia eletrônica de varredura foi realizada na superfície de fratura, e conforme visto na Figura 5.21 confirma que os poros dispersos representados na micrografia da Figura 5.20 apresentam formato regular (arredondado) mas também formatos irregulares.



Figura 5.21- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto P₁.

As características microestruturais da amostra P₂ estão apresentadas na Figura 5.22 e Figura 5.23, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.22 que apresenta micrografias com diferentes ampliações (35-200x) foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados) e também irregular, sejam abertos e/ou interconectados (Figura 5.22c indicados por seta vermelha) e fechados (Figura 5.22b indicados por seta azul). Além disso, observou-se presença de trincas e vazios na interface matriz/agregado, geopolímero-perlita (seta verde), tal qual ocorreu para o concreto P₁.

Este fato pode estar relacionado à técnica de processamento ao inserir o agregado a matriz, visto que este tipo de agregado apresenta vazios em sua morfologia (Figura 5.22c) qual favoreceu na redução do peso específico do concreto final.

Esta característica do agregado favoreceu de fato a redução do peso específico do concreto final em comparação a amostra de referência, conforme valores apresentados na Tabela 5.6, redução de aproximadamente 20,40%. Esses vazios, característica do agregado, aliado a porosidade resultaram na redução de resistência à compressão inicial (pós cura de 1 dia) e final (após 28 dias) em comparação a amostra referência, respectivamente 64% e 63%.



Figura 5.22 – Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto P₂ por microscopia eletrônica de varredura: (a) 200x; (b-c) 35x.

Conforme a Figura 5.23 é possível confirmar a presença de poros (seta azul) e agregados dispersos na matriz geopolimérica. Em comparação com a Figura 5.21 (amostra P₁) fica evidente a maior quantidade de agregados dispersos na matriz, devido ao maior volume adicionado em relação ao concreto P₁.



Figura 5.23- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto P₂.

Amostra de concreto geopolimérico de zeólita – Z_1 e Z_2 : análise na superfície de fratura

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto pelo agregado zeólita, com principal diferença no diâmetro do agregado, sendo amostra Z₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras Z₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

As características microestruturais da amostra Z₁ estão apresentadas na Figura 5.24 e Figura 5.25, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.24 que apresenta micrografias com diferentes ampliações (36-200x), foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados) e também irregular, sejam abertos e/ou interconectados (Figura 5.24c indicados por seta vermelha) e fechados (Figura 5.24c indicados por seta azul).

Esse fato pode estar relacionado à técnica de processamento, nesse caso moldadas sob vibração durante 10min para evitar bolhas de ar na amostra e esse tempo pode não ter sido suficiente para eliminar todas as bolhas. Essa presença de poros dispersos na matriz pode ter favorecido a redução do peso específico do concreto final em comparação a amostra de referência. Conforme os dados dispostos na Tabela 5.6, redução de aproximadamente 3%, e também redução na resistência à compressão inicial (pós cura de 1 dia) e final (após 28 dias) em comparação a amostra referência, respectivamente 31% e 44,83%.

Conforme a Figura 5.24a-c (200x-36x) observou-se a presença de trincas e microfissuras na região dos poros, mas também pode-se observar que o agregado está aderido à matriz, conforme demonstra Figura 5.24b (200x) na interface geopolímero-zeólita.

A Figura 5.24 apresenta partículas remanescentes de metacaulim que não reagiram, porém não excluem o fato de que a geopolimerização ocorreu. Os dados de FTIR (Figura 5.11) e a presença de microfissuras no interior dos poros (Figura 5.24 a-200x) indicam que o processo de ativação foi rápido nas primeiras idades, conforme relatado na amostra de referência R.



Figura 5.24 – Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto Z₁ por microscopia eletrônica de varredura: (a-b)200x; (c) 36x.

Conforme a Figura 5.25 é possível confirmar a presença de poros dispersos na matriz geopolimérica, agregado bem aderido à matriz (interface matriz/agregado), assim como estavam presentes na micrografia da Figura 5.24.



Figura 5.25- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto Z₁.

As características microestruturais da amostra Z₂ estão Apresentadas na Figura 5.26 e Figura 5.27, respectivamente análise de MEV e confocal.

Conforme a Figura 5.26, que apresenta micrografias com diferentes ampliações (35-200x), foi possível verificar a presença de poros de formato regular (arredondados) e também irregular, sejam abertos e/ou interconectados (Figura 5.26c indicados por seta vermelha) e fechados (Figura 5.26a indicados por seta azul).

A presença de poros dispersos na matriz pode ter favorecido a redução do peso específico do concreto final em comparação a amostra de referência, conforme os dados dispostos na Tabela 5.6, redução de aproximadamente 1,20%, e redução de resistência à compressão inicial (pós cura de 1 dia) e final (após 28 dias) em comparação a amostra referência, respectivamente 17,80% e 25,35%.

Conforme a Figura 5.26a (200x) observou-se presença de trincas e microfissuras presente nos poros, além disso a Figura 5.26b (35x) mostra que o agregado não está bem aderido à matriz, interface geopolímero-zeólita, quando se comparada com as interfaces da amostra Z₁, cujos agregados eram de maior tamanho (Figura 5.24b 200x). Esse fato pode estar ligado ao rompimento matriz agregado durante a fratura do material.

A Figura 5.26 mostra que nesse caso também pode-se observar partículas de metacaulim que não reagiram. Também nesse caso, conforme os dados de FTIR (Figura 5.11) e a presença de microfissuras no interior dos poros (Figura 5.26 a-200x), possivelmente trata-se de processo de ativação rápida nas primeiras idades, conforme relatado na amostra de referência R.


Figura 5.26 – Micrografia da superfície de fratura da amostra de concreto Z₂ por microscopia eletrônica de varredura: (a)200x; (b-c) 35x.

Conforme a Figura 5.27 é possível confirmar a presença de poros dispersos na matriz geopolimérica e agregado bem aderido à matriz (interface matriz/agregado). Esse fato sugere que o mecanismo de fratura do material, rompimento, foi o responsável pelo destacamento e criação dos vazios na interface conforme observado na micrografia obtida por MEV (Figura 5.26b 35x).



Figura 5.27- Micrografia obtida por microscopia confocal da superfície de fratura do concreto Z₂.

Comparando a Figura 5.27 e 5.25 (amostra Z₁) fica evidente maior quantidade de agregados dispersos na matriz para amostra Z₂.

As análises realizadas por MEV e confocal contribuíram na compressão das propriedades mecânicas que estes concretos de estudos apresentaram, além de que ambas se complementaram durante cada análise, pois algumas informações ficaram evidentes por análise MEV e outros por análise confocal.

Para verificar a durabilidade das amostras foi realizada a análise da evolução do módulo de Young após envelhecimento acelerado, assim como também a verificação das microestruturas após a análise de envelhecimento acelerado; estes resultados são discutidos a seguir como caracterização final.

5.3 Caracterização final

Envelhecimento acelerado

Conforme proposto pelo método de estudo (Figura 4.1) as amostras de concreto e de referência foram submetidas a dois tipos de ensaio de envelhecimento acelerado, imersão e secagem, e exposição à radiação ultravioleta.

Envelhecimento acelerado por imersão e secagem

A Figura 5.28 apresenta imagens das amostras antes do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem. Foi necessário realizar a regularização das superfícies de amostras que apresentavam bolhas (defeito proveniente do processamento das amostras, pois o tempo de 10 minutos de vibração não foi suficiente para evitar bolhas).



Figura 5.28 – Amostras dos concretos antes do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem.

A Figura 5.29 apresenta as imagens dos concretos após finalização do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem. É possível notar que o envelhecimento acelerado por imersão e secagem ocasionou trincas em todas as amostras analisadas, além disso intensificou o desgaste superficial de todas as amostras quando comparadas com as superfícies antes do envelhecimento acelerado.



Figura 5.29 – Amostras dos concretos após finalização do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem.

Envelhecimento acelerado por exposição à radiação ultravioleta – UV

A Figura 5.30 apresenta as imagens das amostras antes do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição à radiação ultravioleta. Também foi necessário realizar a regularização das superfícies de amostras que apresentavam bolhas (defeito proveniente do processamento das amostras, pois o tempo de 10 minutos de vibração não foi suficiente para evitar bolhas). Já pela Figura 5.31 é possível notar que o envelhecimento acelerado por exposição a UV não ocasionou trincas, somente desgaste superficial, quando comparadas com as amostras antes do envelhecimento acelerado por exposição UV e também comparadas com as amostras após ao envelhecimento acelerado por imersão e secagem.



Figura 5.30 - Amostras dos concretos antes do ensaio de envelhecimento acelerado por UV.



Figura 5.31 - Amostras após finalização do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV.

Evolução do módulo de Young a frio amostras submetidas ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem

A Figura 5.32 apresenta os resultados da evolução do módulo de Young dos concretos nas idades de 1, 7, 14, 28 e 50 dias de cura antes e após envelhecimento acelerado por imersão e secagem.

Pode-se notar a diferença de valor no módulo Young para todas as amostras antes e após envelhecimento pós cura (1 dia de cura). Nesse caso, não era esperado essa diferença, visto que deveriam partir do mesmo ou próximo valor de módulo de Young. Sendo assim, para estimar uma comparação com a análise antes do ensaio de envelhecimento, considerou-se o percentual de diferença entre 1-7 dias; 7-14 dias. 14-28 dias; 28-50 dias e valores de módulo para 7, 14, 28 e 50 dias.



Figura 5.32- Evolução do módulo de Young dos concretos ao longo do tempo: antes versus após envelhecimento acelerado por imersão e secagem (IS).

Amostra de geopolímero de referência – R

Considerando os valores iniciais do módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, foi observado um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve um aumento de 6,40%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 15,32%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 6,93%; de 28 a 50dias, houve aumento de 12,40%. Pode-se notar que o maior ganho no Módulo de Young à frio ocorreu entre 7 e 14 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 12,67 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram aumentos de 23% e 21,8% nos períodos de 1 a 7 dias e 7 a 14 dias, respectivamente. Nesse caso, o maior ganho ocorreu entre 1 e 7 dias de ensaio. Observa-se uma redução nos valores de módulo Young à frio entre 14 e 28 dias de ensaio, aproximadamente 5,66%. Posteriormente, ocorreu um aumento de aproximadamente 1,14% nos valores entre 28 e 50 dias de ensaio, e o valor maior do módulo de Young foi obtido com 14 dias de ensaio, aproximadamente 19,95 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do geopolímero referência (R – sem agregado) submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, apresentaram-se superiores em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio. Esperava-se que esses valores fossem inferiores ao longo do tempo, uma vez que foram expostos a situações que poderiam causar desgastes e possíveis defeitos superficiais. No entanto, conforme a Figura 5.32, ocorreu um aumento no módulo de Young à frio.

Esses dados podem ser confirmados pelo estudo de Provis e Jannie [105], qual abordaram a evolução da resistência mecânica em função do envelhecimento acelerado de matrizes geopoliméricas obtidas por metacaulim. Os autores observaram que, inicialmente, houve um maior ganho de resistência por volta de 28 dias de análise. Após 28 dias, houve um declínio nos valores de resistência, e em seguida, próximo de 50 dias de análise, houve um aumento na resistência, que se manteve relativamente estável durante todo o ensaio (análise de 360 dias). Conforme Provis e Jannie [105], deve-se considerar que a perda de resistência é provável na grande maioria de geopolímeros à base de metacaulim com Si/Al \leq 2. Assim, amostras submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram valores maiores do módulo de Young à frio em comparação com as amostras que não foram submetidas a este tipo de ensaio. Entretanto, não ocorreu similaridades na % de redução e/ou aumento no valor de módulo de Young antes e após ensaio de envelhecimento.

Amostra de concreto geopolimérico de vermiculita – V1 e V2

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por vermiculita, sendo amostra V₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras V₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

Concreto geopolimérico de vermiculita V1

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 10,43%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 6,10%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 4,32%; de 28 a 50dias, houve aumento de 4,63%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 8,58 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 47,25% e 32% nos períodos de 1 a 7 dias e 7 a 14 dias de ensaio, respectivamente. A partir de 28 dias, houve um aumento no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 317% e 2,9% nos períodos de 14 a 28 dias e 28 a 50 dias de ensaio, respectivamente. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 14 e 28 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de ensaio, alcançando 15,70 GPa

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto V₁ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 28 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Concreto geopolimérico de vermiculita V₂

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 10,03%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 4,74%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 3,50%; de 28 a 50dias, houve aumento de 3%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançado 9,19 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 46,54% e 18,30% nos períodos de 1 a 7 dias e 7 a 14 dias de ensaio, respectivamente. A partir de 28 dias, houve um aumento no valor de módulo de Young à frio, aproximadamente 193% e 2,52% nos períodos de 14 a 28 dias 28 a 50 dias de ensaio, respectivamente. Pode-se notar que maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 14 e 28 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de ensaio, alcançando 17 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto V₂ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 28 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Pode-se observar que amostras compostas por agregado vermiculita (V₁ e V₂) submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio a partir de 28 dias. Observou-se também que, para ambas situações (antes e após ensaio) a adição desse tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Entretanto, não ocorreu similaridades na % de redução e/ou aumento no valor de módulo de Young comparados antes e após ensaio de envelhecimento em relação à referência, somente ocorreu similaridade entre os dois tipos de concreto (V₁ e V₂).

Concreto geopolimérico de diatomito

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 9,04%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 3,74%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,90%; de 28 a 50dias, houve aumento de 2,73%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 a 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 12,04 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 12,41%, 38% e 13,24% nos períodos de 1 a 7 dias, 7 dias a 14 dias e 14 dias a 28 dias de ensaio, respectivamente. Essa redução pode estar associada a alguns fatores, como a formação de porosidade interna, degradação e/ou alteração de ligação química. A partir de 28 dias, houve um aumento no valor de módulo de Young à frio, aproximadamente 15% nos períodos de 28 a 50 dias de ensaio. O maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 7 e 14 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 7 dias de ensaio, alcançando 13,63 GPa.

Pode-se notar também que, para ambas situações (antes e após ensaio) que a adição desse tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R). Pode-se inferir, de maneira geral, que amostras compostas por agregado diatomito submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram em sua grande maioria menores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio.

Amostra de concreto geopolimérico de perlita – $P_1 e P_2$

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por perlita, sendo amostra P₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras P₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

Concreto geopolimérico de perlita P1

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 11,45%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 4,18%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 4%; de 28 a 50dias, houve aumento de 2,25%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 6,36 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 91,4% e 5,12% nos períodos de 1 a 7 dias e 7 a 14 dias de ensaio, respectivamente. A partir de 14 dias, houve um aumento no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 1,36% e 1,57% nos períodos de 14 a 28 dias e 28 a 50 dias de ensaio, respectivamente. Podese notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 28 e 50 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 7 dias de ensaio, alcançando 13,20 GPa

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto P₁ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Concreto geopolimérico de perlita P₂

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 23,15%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 4,62%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,35%; de 28 a 50dias, houve aumento de 2,16%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 7,10 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 47,51% e 32,80% nos períodos de 1 a 7 dias e 7 a 14 dias de ensaio, respectivamente. A partir de 14 dias, houve um aumento no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 47,8% e 26,70% nos períodos de 14 a 28 dias e 28 a 50 dias de ensaio, respectivamente. Podese notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 14 e 28 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de ensaio, alcançando 11,12 GPa

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto P₂ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Pode-se verificar que amostras compostas por agregado perlita (P₁ e P₂) submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio a partir de 7 dias. Observou-se também que, para ambas situações (antes e após ensaio) ao adicionar este tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Amostra de concreto geopolimérico de zeólita – Z1 e Z2

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por zeólita, sendo amostra Z₁ composta por agregado com diâmetro de 6mm e amostras Z₂ composta por agregado com diâmetro de 2mm.

Concreto geopolimérico de zeólita Z1

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 7,22%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 1,60%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,02%; de 28 a 50dias, houve aumento de 1,71%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 11,28 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 60,6% nos períodos de 1 a 7 dias de ensaio. A partir de 7 dias, houve um aumento no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 270% nos períodos de 7 a 14 dias de ensaio. Posteriormente houve redução no valor de módulo Young à frio de aproximadamente 0,95% nos períodos de 14 a 28 dias de ensaio, em seguida houve aumento de 2,63% nos períodos de 28 a 50 dias de ensaio.

Pode-se notar que o ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 7 e 14 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de ensaio, alcançando 17,14 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto Z₁ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 14 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Concreto geopolimérico de zeólita Z₂

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 19%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 2,30%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,24%; de 28 a 50dias, houve aumento de 0,73%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 9,66 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram redução de 56% nos períodos de 1 a 7 dias de ensaio. A partir de 7 dias, houve um aumento no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 265% nos períodos de 7 a 14 dias de ensaio. Posteriormente houve redução no valor de módulo Young à frio de aproximadamente 3% nos períodos de 14 e 28 dias de ensaio. A partir de 28 dias, houve aumento no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 3,17% nos períodos de 28 e 50 dias de ensaio. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 7 e 14 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de ensaio, alcançando 16,93 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto Z₂ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 14 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Pode-se concluir que amostras compostas por agregado zeólita (Z₁ e Z₂) submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio a partir de 14 dias. Observou-se também que, para ambas situações (antes e após ensaio) ao adicionar este tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Evolução do módulo de Young a frio amostras submetidas ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV

A Figura 5.33 apresenta a evolução do módulo de Young dos concretos nas idades de 1, 7, 14, 28 e 50 dias de cura antes e após exposição UV.

Amostra de geopolímero de referência – R

Considerando os valores iniciais do módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, foi observado um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve um aumento de 6,40%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 15,32%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 6,93%; de 28 a 50dias, houve aumento de 12,40%. Pode-se notar que o maior ganho no Módulo de Young à frio ocorreu entre 7 e 14 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 12,67 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram aumentos de 21%, 3,44%, 1% e 2,35% nos períodos de 1 a 7 dias, 7 a 14 dias, 14 a 28 dias e 28 dias a 50 dias, respectivamente. Nesse caso, o maior ganho ocorreu entre 1 e 7 dias de ensaio, enquanto o valor maior do módulo de Young foi obtido com 50 dias de ensaio, aproximadamente 17,84 GPa.





Em relação aos valores de módulo de Young à frio do geopolímero referência (R – sem agregado) submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV, apresentaram-se superiores em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio. Esperava-se que esses valores fossem inferiores ao longo do tempo, uma vez que foram expostos a situações que poderiam causar desgastes e possíveis defeitos superficiais. No entanto, conforme a Figura 5.33, ocorreu um aumento no módulo de Young à frio.

Pode-se observar que amostras submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram valores maiores do módulo de Young à frio em comparação com as amostras que não foram submetidas a este tipo de ensaio. Entretanto não ocorreu similaridades na % redução e/ou aumento no valor de módulo de Young antes e após ensaio de envelhecimento.

Amostra de concreto geopolimérico de vermiculita – V1 e V2

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por vermiculita, sendo amostra V₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras V₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

Concreto geopolimérico de vermiculita V1

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 10,43%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 6,10%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 4,32%; de 28 a 50dias, houve aumento de 4,63%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 8,58 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 3,14%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 5,71%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 19%. Após 28 dias, houve redução de 3,44% nos períodos entre 28 a 50 dias de ensaio. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 14 e 28 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 28 dias de ensaio, alcançando 13,66 GPa

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto V₁ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Concreto geopolimérico de vermiculita V₂

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 10,03%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 4,74%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 3,50%; de 28 a 50dias, houve aumento de 3%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançado 9,19 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 9,19%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 7,15%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 8%; de 28 a 50dias, houve aumento de 1,27%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançado 17,70 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto V₂ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Pode-se concluir que amostras compostas por agregado vermiculita (V₁ e V₂) submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio a partir de 7 dias. Observou-se também que, para ambas situações (antes e após ensaio) a adição desse tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Entretanto não ocorreu similaridades na % redução e/ou aumento no valor de módulo de Young comparados antes e após ensaio de envelhecimento, somente ocorreu similaridade entre os dois tipos de concreto antes do ensaio de envelhecimento (V₁ e V₂).

Amostra de concreto geopolimérico de diatomito

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 9,04%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 3,74%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,90%; de 28 a 50dias, houve aumento de 2,73%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 a 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 12,04 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 15,52%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 3,51%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 1,35%; de 28 a 50dias, não ocorreu aumento, apenas manteve mesmo valor, neste caso 0%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançado 19,47 GPa.

Pode-se notar que, para situações antes de ensaio envelhecimento acelerado por exposição UV, a adição desse agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R), enquanto para situação após ensaio, observou aumento no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Pode-se concluir de maneira geral que amostras compostas por agregado diatomito submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram em sua grande maioria maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio. Tal resultado não era esperado, visto que o ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem mostrou um resultado oposto. Nesse caso é possível considerar que o ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem seja mais agressivo no quesito de desgaste e redução do módulo de Young à frio, quando comparado ao ensaio por exposição UV.

Amostra de concreto geopolimérico de perlita – $P_1 e P_2$

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por perlita, sendo amostra P1 composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras P2 composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

Concreto geopolimérico de perlita P1

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 11,45%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 4,18%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 4%; de 28 a 50dias, houve aumento de 2,25%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 6,36 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram aumento de 17,57% e 6,86% nos períodos de 1 a 7 dias e 14 a 28 dias de ensaio, respectivamente. Observou redução nos valores do módulo de Young à frio de 3,86% e 2,67% nos períodos de 7 a 14 dias e 28 e 50 dias de ensaio, respectivamente. Pode-se notar que maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 28 dias de ensaio, alcançando 8,25 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto P1 submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV, apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Concreto geopolimérico de perlita P₂

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 23,15%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 4,62%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,35%; de 28 a 50dias, houve aumento de 2,16%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio

ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 7,10 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram aumento de 0,97%, 7,04% e 16,07% nos períodos de 1 a 7 dias, 7 a 14 dias e 14 a 28 dias de ensaio, respectivamente. Observou redução nos valores do módulo de Young à frio de 3,80% nos períodos de 28 e 50 dias de ensaio. O maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 14 e 28 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 28 dias de ensaio, alcançando 15,53 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto P1 submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Pode-se observar que amostras compostas por agregado perlita (P₁ e P₂) submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio a partir de 7 dias. Observou-se também que, para ambas situações (antes e após ensaio) ao adicionar este tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Amostra de concreto geopolimérico de zeólita – Z1 e Z2

Analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por zeólita, sendo amostra Z₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras Z₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

Concreto geopolimérico de zeólita Z₁

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 7,22%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 1,60%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,02%; de 28 a 50dias, houve aumento de 1,71%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio

102

ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 11,28 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram aumento de 23,52% nos períodos de 1 a 7 dias de ensaio. A partir de 7 dias, houve uma redução no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 8,26% nos períodos de 7 a 14 dias de ensaio. Posteriormente houve aumento no valor de módulo Young à frio de aproximadamente 7,22% nos períodos de 14 a 28 dias de ensaio, em seguida houve redução de 2,63% nos períodos de 28 a 50 dias de ensaio.

Pode-se notar que o ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 7 dias de ensaio, alcançando 17,80 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto Z₁ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Concreto geopolimérico de zeólita Z₂

Considerando os valores de módulo de Young à frio antes do envelhecimento acelerado, observou-se um aumento progressivo ao longo do tempo: de 1 a 7 dias, houve aumento de 19%; de 7 a 14 dias, houve aumento de 2,30%; de 14 a 28 dias, houve aumento de 2,24%; de 28 a 50dias, houve aumento de 0,73%. Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 1 e 7 dias de cura, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 50 dias de cura, alcançando 9,66 GPa.

Após o ensaio de envelhecimento acelerado, os valores do módulo de Young à frio apresentaram aumento de 10,28%, nos períodos de 1 a 7 dias de ensaio. A partir de 7 dias, houve uma redução no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente 2,07% nos períodos de 7 a 14 dias de ensaio. Posteriormente houve aumento no valor de módulo Young à frio de aproximadamente 14,27% nos períodos de 14 e 28 dias de ensaio. A partir de 28 dias, houve redução no valor do módulo de Young à frio, aproximadamente7,04% nos períodos de 28 e 50 dias de ensaio.

Pode-se notar que o maior ganho no módulo de Young à frio ocorreu entre 14 e 28 dias de ensaio, enquanto o maior valor do módulo de Young foi obtido com 28 dias de ensaio, alcançando 21,30 GPa.

Em relação aos valores de módulo de Young à frio do concreto Z₂ submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV, esses apresentaram-se superiores a partir de 7 dias de ensaio em comparação com os não submetidos a este tipo de ensaio.

Pode-se observar que amostras compostas por agregado zeólita (Z₁ e Z₂) submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado apresentaram maiores valores de módulo de Young à frio em comparação aos valores obtidos antes do ensaio a partir de 7 dias.

Pode-se observar também que, para situações antes de ensaio envelhecimento acelerado por exposição UV, a adição este tipo de agregado proporcionou redução no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R), enquanto para situação após ensaio, observou-se que Z₂ obteve aumento no módulo de Young em comparação com a amostra de referência (R).

Para verificar e correlacionar com as propriedades obtidas para cada amostra, essas foram submetidas ao ensaio de análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura, com intuito de analisar a morfologia da amostra, aderência do agregado na matriz na interface agregado/matriz e possíveis indícios de desgaste após ensaio de envelhecimento acelerado.

Amostra de geopolímero de referência – R

A Figura 5.34 (a-b) representa a amostra referência proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Pode-se observar a presença de trincas em toda a amostra, além disso a amostra apresenta poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz, assim como também interconectados, evidenciados em tons mais escuros que outros. Tais resultados semelhantes foram encontrados no estudo de Provis e Jannie [105]. Na Figura 5.34 b (200x) é possível notar a presença de uma transição de

104

géis amorfos em prismas retangulares fundidos (indicado por vermelho). Resultados semelhantes também foram encontrados no estudo de Xue Ma et al. [106].

A Figura 5.34 (c-d) representa amostra referência proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Também foi observada a presença de trincas em toda a matriz, assim como poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. Na Figura 5.34 d (100x), foram observadas partículas retangulares prismáticas (indicado por amarelo). Essas evidências são consideradas géis amorfos proveniente da matriz e tais resultados também foram encontrados no estudo de Xue Ma et al. [106].



Figura 5.34- Micrografia da superfície de fratura da amostra referência por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (a-b) 35x-200x; Exposição UV (c-d) 35x-100x.

Amostra de concreto geopolimérico de vermiculita – V1 e V2

Conforme mencionado anteriormente analisou-se dois tipos de concreto geopolimérico composto por vermiculita com principal diferença no diâmetro do agregado, sendo amostra V₁ composta por agregado com diâmetro de 6 mm e amostras V₂ composta por agregado com diâmetro de 2 mm.

As características microestruturais das amostras V₁ e V₂ estão apresentadas nas Figura 5.35 e Figura 5.36, respectivamente.

A Figura 5.35 (a-b-c) representa a amostra V₁ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz e próximos dos agregados, assim como também interconectados, evidenciados em tons mais escuros que outros.



Figura 5.35- Micrografia da superfície de fratura da amostra V₁ por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (a-b-c) 35x-35x-200x; Exposição UV (d-e-f) 35x-200x-200x.

Na Figura 5.35 a-b (35x), é possível notar a presença de uma transição de géis amorfos em prismas retangulares fundidos (indicado por vermelho). Esse fato era esperado, visto que anteriormente a esse ensaio foram observadas partículas remanescentes de metacaulim não dissolvidos, caracterizados pela

106

presença de constituintes em formato de placas. A Figura 5.35 c (200x) ilustra a morfologia do agregado após o ensaio e nesse caso pode-se observar desgaste em sua estrutura lamelar. A redução nos valores de Módulo de Young à frio após ensaio de envelhecimento em comparação com amostra de referência pode estar associados a estes fatos mencionados.

A Figura 5.35 (d-e-f) representa a amostra V₁ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Pode-se observar a presença de trincas próxima ao agregado, assim como poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. Na Figura 5.35 f (200x) ilustra o agregado disperso na matriz, na qual sua estrutura lamelar não apresenta indícios de desgaste em comparação ao outro tipo de envelhecimento acelerado (imersão/secagem).

A Figura 5.36 (a-b-c) representa amostra V₂ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz e próximo dos agregados.



Figura 5.36- Micrografia da superfície de fratura da amostra V₂ por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (ab-c) 35x-200x-400x; Exposição UV (d-e-f) 35x-200x-36x.

Na Figura 5.36 b-c (200x e 400x), é possível notar a presença de uma transição de géis amorfos em prismas retangulares fundidos (indicado por vermelho), este fato era esperado, visto que anteriormente a esse ensaio foram expostas partículas remanescentes de metacaulim não dissolvidos, caracterizados pela presença de constituintes em formato de placas. A Figura 5.36 a-c (35x e 400x) ilustra a morfologia do agregado após o ensaio, nesse caso pode-se observar desgaste em sua estrutura lamelar. A redução nos valores de Módulo de Young à frio após ensaio de envelhecimento em comparação com amostra de referência, pode estar associado a esse fato. A Figura 5.36b (200x) ilustra a presença de trinca na matriz.

A Figura 5.36 (d-e-f) representa amostra V₂ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Pode-se observar a presença de trincas próxima ao agregado, assim como poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. A Figura 5.36e (200x) ilustra o agregado disperso na matriz, na qual sua estrutura lamelar não apresenta indícios de desgaste em comparação ao outro tipo de envelhecimento acelerado (imersão/secagem).

Amostra de concreto geopolimérico de diatomito – D

A Figura 5.37 (a-b-c) representa a amostra D proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de fissuras nos poros, além disso a amostra apresenta poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz. Na Figura 5.37 b-c (200x) é possível notar a presença de uma transição de géis amorfos em prismas retangulares fundidos (indicado por vermelho).



Figura 5.37- Micrografia da superfície de fratura da amostra D por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (ab-c) 35x-200x-200x; Exposição UV (d-e-f) 35x-200x-200x.

A Figura 5.37 (d-e-f) representa a amostra D proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Também foi observada a presença de trincas disposta na matriz, assim como poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. Na Figura 5.37 e-f (200x) pode-se observar partículas retangulares prismáticas (indicado por amarelo) e essas evidências são consideradas géis amorfos proveniente da matriz de estudo.

Amostra de concreto geopolimérico de perlita – P1 e P2

As características microestruturais das amostras P₁ (6 mm) e P₂ (2 mm) estão apresentadas na Figura 5.38 e Figura 5.39, respectivamente.

A Figura 5.38 (a-b-c) representa a amostra P₁ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz e próximos dos agregados, assim como também interconectados, evidenciados em tons mais escuros que outros, além de vazios próximos a interface agregado/matriz.



Figura 5.38 - Micrografia da superfície de fratura da amostra P₁ por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (a-b-c) 35x-35x-200x; Exposição UV (d-e-f) 35x-35x-200x.

A Figura 5.38 a-c (35x-200x) ilustra a morfologia do agregado após o ensaio, nesse caso pode-se observar desgaste em sua estrutura (indicado por vermelho). A redução nos valores de Módulo de Young à frio após ensaio de envelhecimento em comparação com amostra de referência pode ser devido a esse fato.

A Figura 5.38 (d-e-f) representa amostra P₁ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Pode-se também observar a presença de trincas e vazios próximo ao agregado, assim como poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. Além disso, é possível notar na Figura 5.38e (200x) que a matriz apresenta indícios de desgaste e/ou degradação em comparação ao outro tipo de envelhecimento acelerado, devido ao tom mais escuro (semelhante a queimadura). A redução nos valores de Módulo de Young à frio após a esse ensaio de envelhecimento em comparação com amostra de referência pode estar associado a esse defeito microestrutural causado no envelhecimento.

A Figura 5.39 (a-b) representa a amostra P₂ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz e próximos dos agregados, assim como também interconectados, evidenciados em tons mais escuros que outros (Figura 5.39b – 35x), além de vazios próximos a interface agregado/matriz. A Figura 5.39a (35x) ilustra a morfologia do agregado após o ensaio, e nesse caso, pode-se observar desgaste em sua estrutura (indicado por vermelho). A redução nos valores de Módulo de Young à frio após ensaio de envelhecimento em comparação com amostra de referência pode estar associada a esses fatos.



Figura 5.39 - Micrografia da superfície de fratura da amostra P₂ por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (ab) 35x-35; Exposição UV (c-d) 35x-200x.

A Figura 5.39 (c-d) representa a amostra P₂ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Pode-se observar a presença de trincas e vazios próximo ao agregado e em toda a matriz, assim como poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. Na Figura 5.39d (200x) é possível notar a presença de uma transição de géis amorfos em prismas retangulares fundidos (indicado por amarelo), possibilidade de ser proveniente

de partículas remanescentes de metacaulim não dissolvidos, caracterizados pela presença de constituintes em formato de placas.

Amostra de concreto geopolimérico de perlita – Z1 e Z2

As características microestruturais da amostra Z₁ (6 mm) e Z₂ (2 mm) estão apresentadas na Figura 5.40 e Figura 5.41, respectivamente.

A Figura 5.40 (a-b-c) representa a amostra Z₁ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de trincas na matriz e na interface agregado/matriz, poros abertos e fechados, assim como também interconectados, evidenciados em tons mais escuros que outros.

A Figura 5.40 c (200x) ilustra o agregado após o ensaio onde pode-se observar desgaste em sua estrutura em comparaçãocom a amostra antes de ser submetida ao ensaio (Figura 5.24b), que pode ter sido responsável pela redução nos valores de Módulo de Young à frio em comparação com amostra de referência.



Figura 5.40 - Micrografia da superfície de fratura da amostra Z₁ por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (ab-c) 36x-98x-200x; Exposição UV (d-e-f) 33x-35x-200x.

A Figura 5.40 (d-e-f) representa a amostra Z₁ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Pode-se observar a presença de trincas próximo ao agregado, vazios e poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz, e além disso, foi também possível notar, Figura 5.40f (200x), que o agregado apresenta indícios de pequenos desgastes em comparação ao que foi observado no envelhecimento por imersão secagem.

A Figura 5.41 (a-b-c) representa amostra Z_2 proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem após 50 dias de ensaio. Podese observar a presença de trincas na matriz e na interface agregado/matriz, poros abertos e fechados distribuídos em toda a matriz.

A Figura 5.41c (200x) ilustra o agregado após o ensaio, nesse caso podese observar desgaste em sua estrutura em comparação com amostras antes de submetidos ao ensaio (Figura 5.26b). A redução nos valores de Módulo de Young à frio após ensaio de envelhecimento em comparação com amostra de referência, pode ser devido a esse desgaste associado aos outros defeitos microestruturais observados (poros e trincas).



Figura 5.41 - Micrografia amostra Z₂ por microscopia eletrônica de varredura após envelhecimento acelerado: Imersão e secagem (a-b-c) 35x-35x-200x; Exposição UV (d-e-f) 35x-200x-200x.

A Figura 5.41 (d-e-f) representa amostra Z₂ proveniente do ensaio de envelhecimento acelerado por exposição UV após 50 dias de ensaio. Pode-se observar a presença vazios na interface agregado/matriz, devido ao tom escuro em volta de todo o agregado, conforme ilustra a Figura 5.41d (35x). Além disso, trincas na matriz e na interface agregado/matriz, poros abertos e/ou fechados distribuídos na matriz. Conforme a Figura 5.41f (200x) o agregado aparenta indícios de pequenos desgastes superficial em comparação ao que foi observado no envelhecimento por imersão secagem. Também é possível notar a presença de uma transição de géis amorfos em prismas retangulares fundidos (indicado por amarelo), possivelmente provenientes de partículas remanescentes de metacaulim não dissolvidos, caracterizados pela presença de constituintes em formato de placas.

A análise microestrutural após ambos tipos de envelhecimento acelerado contribuiu para verificar a influência das alterações microestruturas (mudanças físico-químicas) na propriedade módulo de Young à frio em comparação com os resultados anteriores aos ensaios de envelhecimento acelerado. Além desse tipo de análise contribuir na verificação de durabilidade, apontando que esses concretos levas sofrem alterações, é necessário analisar a viabilidade desses em comparação com os materiais de construção civil disponíveis no mercado.

Resistência ao fogo

A análise de resistência ao fogo foi realizada em amostras em formato de placa, conforme descrito na metodologia de estudo. Foi necessário o auxílio de um multímetro para medir a temperatura inicial (Ti); temperatura após 1h de ensaio (T1h); temperatura após 2h de ensaio (T2h), quando se possível. Tais resultados estão apresentados na Tabela 5.7.

Amostra	Ti (°C)	T1h (°C)	T2h (°C)	Morfologia superficial*	Chama**
R	23	183	Não foi possível	Rachadura face oposta e	Não propagou
				desgaste face exposta	
V1	23	166	Não foi possível	Rachadura face oposta exposta	Não propagou
	_		-	e desgaste face exposta	
V2	23	158	103	Desgaste na face exposta	Não propagou
D	23	212	Não foi possível	Rachadura face oposta e	Não propagou
	_		-	desgaste face exposta	
P1	23	137	Não foi possível	Rachadura face oposta e	Não propagou
			-	desgaste face exposta	
P ₂	23	230	Não foi possível	Rachadura face oposta e	Não propagou
- 2				exposta	
Z1	23	182	Não foi possível	Rachadura face oposta e	Não propagou
				exposta	
Z 2	23	270	Não foi possível	Rachadura face oposta e	Não propagou
				exposta	

Tabela 5.7 Resistência ao fogo das amostras dos concretos geopoliméricos.

Obs:

* análise faces oposta e exposta ao fogo: ocorreu rachadura e/ou desgaste

**propagação de chama para verificar se o produto placa é combustível

Com base nos dados apresentados na Tabela 5.7 pode-se concluir que nenhuma das amostras atendeu ao requisito de resistência ao fogo em relação análise de face oposta à ação do fogo, atingindo temperaturas acima de (temperatura acima de 120°C), mas todas não apresentaram indícios de propagação de chama. Esse fato pode estar relacionado à razão molar de SiO₂/Al₂O₃ e o tipo de silicato empregado. No caso das amostras, a razão molar de SiO₂/Al₂O₃ variou de 1,88 a 2,24. De acordo com o estudo de Davidovits [18], para obter geopolímeros resistentes ao fogo, é indicado razão < 2 e/ou para compósito com fibras, uma razão > 3.

Em geral, as amostras submetidas a esse tipo de ensaio apresentaram desgastes superficial (queimadura) e rachaduras que interligam face exposta à ação do fogo com a face oposta. Esses resultaods podem ser observados na Figura 5.42 e Figura 5.43.



Figura 5.42 – Face oposta a ação do fogo:(a) D; (b) R; (c) V₁; (d) V₂; (e) P₁; (f) P₂; (g) Z₁; (h) Z₂.

Ao analisar a Figura 5.42, fica evidente a presença de rachadura (marcado em vermelho). Nesse caso, não houve manifestações diretas das chamas de uma face para outra. Em geral, foram observadas apenas rachaduras e desgastes nas superfícies.

Por outro lado, na Figura 5.43 é possível fazer uma comparação entre as faces expotas e as faces opostas. Nota-se que a face exposta ao fogo apresenta um maior desgaste superficial em comparação com a outra face.



Figura 5.43 - Face exposta a ação do fogo:(a) D; (b) R; (c) V₁; (d) V₂; (e) P₁; (f) P₂; (g) Z₁; (h) Z₂.

A amostra V₂, concreto geopolimérico composto por agregado vermiculita de 2 mm, apresentou estabilidade em comparação com as outras amostras de concreto. Esse resultado pode ser atribuído ao fato de que a vermiculita é conhecida por possuir propriedades anti-fogo e para essa composição foi utilizada em maior quantidade. Vale lembrar que os traços utilizados foram considerados em termos de percentual de peso, não de volume. No entanto, de acordo com a Tabela 5.7, observou-se que a estabilidade só foi alcançada após 2h, mas esse fato não exclui o resultado obtido em 1h de análise: "não cumprir o requisito de resistência ao fogo", ou seja, não apresentar temperatura acima de 120 °C em 1h.

Por outro lado, para fins de comparação, foi realizada uma análise utilizando um catálogo de produto comercial, especificamente uma placa de vedação composta por Cimento Portland. Foram avaliadas propriedades como densidade aparente, resistência mecânica à flexão, absorção de água e resistência ao fogo. Esses dados estão apresentados na Tabela 5.8.

Tabela 5.8- Análise comparativa com produto comercial composto por cimento Portland.

Amostra DA (g/cm ³)		AA (%)	Resistência	Resistente ao fogo
			mecânica à flexão	
			final (MPa)**	
C*	1,15	35,9	6,4	Não há propagação de chamas
R	1,67	11,44	8,87	Não há propagação de chamas
V1	1,35	13,41	5,58	Não há propagação de chamas
V2	1,38	15,00	5,19	Não há propagação de chamas
D	1,62	14,42	11,51	Não há propagação de chamas
P 1	1,27	13,80	4,14	Não há propagação de chamas
P ₂	1,33	14,43	5,37	Não há propagação de chamas
Z 1	1,62	13,20	8	Não há propagação de chamas
Z ₂	1,65	11,32	10,58	Não há propagação de chamas

Obs:

*amostra comercial nomenclatura C;

**final: após 28 dias de cura

De acordo com a Tabela 5.8 ambos os concretos, geopolimérico e comercial (Portland) são considerados produtos leves, devido à DA (g/cm³) ser inferior a 2g/cm³. Em relação a absorção de água (AA), foi observado que os concretos geopoliméricos apresentaram valores inferiores, essa característica pode favorecer uma maior resistência à permeabilidade em ambientes úmidos, o que é desejável, uma vez que esses produtos têm como finalidade a aplicação de vedação de ambiente interno e/ou externo.

A resistência mecânica à flexão após 28 dias de cura é superior à 5 MPa para todas as amostras, com exceção da amostra P₁. A ordem de resistência, de acordo com os dados expostos na Tabela 5.8, é sequencialmente: $D > Z_2 > R$ $> Z_1 > C > V_1 > P_2 > V_2 > P_1$. Tanto a amostra de referência, com ou sem a adição de diatomito e/ou zéolita (independente da granulometria do agregado adotado), apresentaram valores superiores aos obtidos pela amostra de produto comercial (C). Os concretos geopoliméricos são viáveis para serem comercializados, mesmo que adição de outros agregados (vermiculita e perlita) tenham apresentado valores inferiores de resistência mecânica à flexão. Isso não exclui
a possibilidade de serem comercializados como tais, pois de qualquer maneira foram superiores à 5 MPa, superior exigido pela norma NBR 15805 (≤3,5MPa).

De acordo com a Tabela 5.8 ainda pode-se observar que todas as amostras não demonstraram indícios de chamas, sendo comparáveis e compatíveis com os disponíveis no mercado da construção civil. No entanto, os concretos geopoliméricos foram submetidos a ensaios de no mínimo 1h, enquanto a amostra comercial foi submetida ao ensaio de 30 min, segundo as informações de catálogo em que eles realizam o ensaio somente 30min. Esse fato não descarta o método de comparação, pois a adição de agregado influencia o tempo de análise. É recomendado um tempo mínimo de 1 hora para elementos leves obtidos por tipo de agregado, nesse caso, agregados leves (Norma ISO 1182).

Todos os ensaios realizados ao longo desse estudo, contribuíram para verificar a viabilidade do desenvolvimento de concreto geopolimérico leve obtido por agregados leves. Com base nos dados apresentados os concretos analisados apresentam potencial para serem comercializados como placas de vedação leve no setor de construção civil.

6 CONCLUSÃO

Este trabalho buscou o desenvolvimento de concreto geopolimérico leve a partir de diferentes agregados, vermiculita, diatomito, perlita e zeólita, avaliando a viabilidade técnica para aplicação em placas de vedação no setor da construção civil.

A partir dos resultados obtidos, para as condições experimentais adotadas, pode-se apontar que:

 O precursor selecionado, metacaulim, é uma boa opção para obter geopolímeros com elevado desempenho mecânico. As condições de calcinação apresentaram grau de amorficidade acima de 80%, fato que contribui para reatividade do precursor.

 - A solução ativadora composta por silicato de sódio e hidróxido de sódio, ambas 12M, na proporção 1:1, resultou em pH superior a 13 e foi suficiente para provocar a dissolução do precursor, tal fato comprovado por análises de DRX, FTIR e tempo de pega.

- A razão l/s, ou seja, solução ativadora/ precursor igual a 0,8 foi suficiente para oferecer boa trabalhabilidade da pasta geopolimérica.

- A razão SiO₂/Al₂O₃ dos concretos elaborados na faixa entre 1,88 a 2,24
 influenciaram no desempenho de alta resistência mecânica inicial: compressão,
 flexão e módulo de Young à frio.

 Todos os tipos de agregados estudados contribuíram para a obtenção de concretos leves, apresentando densidades inferior a 2 g/cm³; neste caso 5% em peso de adição de agregado na proporção da pasta geopolimérica, foi suficiente para obter tais resultados.

- A menor granulometria dos agregados vermiculita e perlita refletiu em maior absorção de água, porosidade aparente do concreto.

 - A adição dos agregados contribuiu para o aumento da porosidade total em comparação com a amostra de referência, tal fato influenciou nas propriedades mecânicas analisadas.

- Os concretos compostos por diatomito e/ou zeólita (independente da granulometria) apresentaram maior resistência à compressão após cura, valores

superiores entre 38,31 a 26,45 MPa e nesses casos, menor relação da razão molar SiO₂/Al₂O₃, maior resistência à compressão inicial.

 A resistência mecânica à flexão após 28 dias de cura foi superior à 5
 MPa para todas as amostras, caracterizando todos os concretos, inclusive a amostra referência, como viáveis para aplicação em placas de vedação.

Tanto a amostra de referência, com adição de diatomito e/ou zéolita (independente da granulometria do agregado zeólita), apresentaram valores superiores ao obtido da amostra de produto comercial (placa de cimento Portland).

 - A adição de diatomito e zeólita resultou no aumento do módulo elástico em comparação à amostra de referência (amostra sem adição de agregado).
 Com valores crescentes após 50 dias de cura.

 Os ensaios de envelhecimento acelerado contribuíram para verificar a durabilidade dos concretos de estudo e influenciam diretamente os resultados de módulo de Young à frio quando comparado aos não submetidos a esse tipo de ensaio.

 - A análise de resistência ao fogo contribuiu na verificação de propagação de chama, nesse estudo, todas as amostras não demonstraram indícios de chamas, sendo comparáveis e compatíveis com os disponíveis no mercado da construção civil.

Por fim, pode-se concluir o quão é importante a seleção e escolha dos materiais, do precursor, do ativador, tipos de agregados (inorgânicos), e a influência do processamento no desenvolvimento microestrutural de concretos leves para aplicação em placas de vedação para a construção civil. Esse trabalho conseguiu verificar a viabilidade técnica da obtenção de concretos geopoliméricos leves a partir da adição de agregados para aplicação em placas de vedação para aplicação em placas

122

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tem-se como indicação de possíveis trabalhos futuros:

 Analisar adição do diatomito como precursor isoladamente e/ou conjunto com metacaulim pela avaliação no desempenho físico-mecânico e propriedades dos geopolímeros;

 Analisar outras proporções de solução ativadora como: 1:2; 2:1, assim como também para novas molaridades: 8M e 10M, e comparar processo de formação de geopolímeros;

 Analisar o desempenho de resistência mecânica à compressão e flexão após ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem e/ou exposição UV;

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] DAMINELI, B. L. **Produção de concreto sustentável avança em São Carlos**. Tecnologia - Jornal da USP, mar.2019. Disponível em: https://jornal.usp.br/. Acesso em: nov. de 2019.

[2] HELENE, P.; ANDRADE, T. **Concreto de cimento Portland**. Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. IBRACON, cap. 29, 2010.

[3] TORRES-CARRASCO, M.; RODRÍGUEZ-PUERTAS, C.; ALONSO, M. D. M.; PUERTAS, F. Alkali activated slag cements using waste glass as alternative activators. Rheological behavior. Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2015.

[4] DAVIDOVITS, J. Geopolymer: inorganic polymeric new materials. **Journal of Thermal Analysis**. vol 37.p 1633-1656, 1991.

[5] DAVIDOVITS, J. Geopolymer chemistry and properties. **Proceedings of the Geopolymer**, vol. 01, p 25-48. 1988.

[6] PINTO, A. T. Introdução ao estudo dos geopolímeros. Geopolymer System. Universidade de Trás-os-montes e Alto Dour. Portugal, Vila Real. 2006.

[7] NGUYEN, K. T.; LE, T. A.; LEE, J. LEE, D.; LEE, K. Investigation on properties of geopolymer mortar using prehea ted materials. **Construction and Building Materials – ScienceDirect**, vol. 130. p. 146-155, 2017.

[8] SILVA, G. J. B. Geopolímeros na construção: aglomerantes sustentáveis. Reciclos, 2016. Disponível em: https://blogreciclos.wordpress.com/. Acesso em: nov, 2019.

[9] GLASBY, T. et al. EFC Geopolymer concrete aircraft pavements at brisbane west wellcamp airport concrete. **27th Biennial National Conference of the Concrete Institute of Australia in Conjunction With the 69th RILEM Week**. Melbourne, Austrália, p. 1051-1059, 2015.

[10] ROSSIGNOLO, J.; OLIVEIRA, I.L. **Concreto leve estrutural com metacaulim**. Pesquisa e Tecnologia MINERVA, vol 3. p.177-187, 2003.

[11] BRITISH STANDARD. **BS EN ISO 13055-1**: Lightweight aggregates Part 1: Lightweight aggregates for concrete, mortar and grout. BS EN, 2002.

[12] PINTO, A. T. Introdução ao estudo dos geopolímeros. Editora UTAD, Portugal, p. 105, 2006

[13] FENG, D.; PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. Thermal activation of albite for the synthesis of one-part mix geopolymers. **Journal American Ceramic Society**, vol. 95, p.565–572, 2012.

[14] DAVIDOVITS, J.; Properties of geopolymer cements. **Alkaline Cements and Concretes.** Kiev, Ukraine, p. 131–149, 1994.

[15] ROCHA, T. S. Argamassas geopoliméricas com diferentes ativadores alcalinos e seus comportamentos frente à elevação de temperatura. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Goytacazes, Rio de Janeiro, 2017.

[16] BUCHWALD, A.; DOMBROWSKI, K.; WEIL, M. Development of geopolymer concrete supported by system analytical tools. Proceedings of the 2nd International Symposium of Non-tradition Cement and Concrete. 2005.

[17] DAVIDOVITS, J.; Solid-Phase synthesis of a mineral blockpolymer by low temperature polycondensation of alumino-silicate polymers: na-poly(sialate) or Na-PS and characteristics. IUPAC- Symposium on long-term properties of polymers and polymeric materials, Stockholm, p. 2-14, 1976.

[18] DAVIDOVITS, J. **30 Years of sucesses and failures in geopolymers aplications.** Market trends and potential breakthroughs. Geopolymer Conference, Melbourne, Austrália, 2002.

[19] SILVA, F. J. Reforço e fratura em compósitos de matriz álcali-ativada.
2000. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2000.

[20] VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. **The potencial use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: part I.** Theory and applications. Minerals Engineering. 1997.

[21] PINTO, A.T. Sistemas ligantes obtidos por activação alcalina do **metacaulino.** 2004. Tese (Doutorado em Engenharia Civil), Universidade do Minho, Portugal. 2004.

[22] YAO, X.; ZHANG, Z.; ZHU, H.; CHEN, Y. Geopolymerization process of alkali– metakaolinite characterized by isothermal calorimetry. **Thermochimica Acta**, vol. 493, p. 49-54, 2009.

[23] DAVIDOVITS, J. **Geopolymer cement: a review**. Institut Géopolymere, Saint-Quentin, France, 2013. Disponível em: http://www.geopolymer.org/, Acesso nov.2019.

[24] SANTA, R. A. A. B. Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduos da indústria de papel. 2012. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

[25] MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com Cimento Portland e hidróxido de cálcio**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia com área de concentração em Engenharia de Construção Civil e Urbana), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

[26] LI, C.; SUN, H.; LI, L. A review: the comparison between alkali-activated slag
(Si+Ca) and metakaolin (Si+Al) cements, Cement and Concrete Research.
ScienceDirec, vol. 40, nº9, p.1341–1349, 2010.

[27] DAL MOLIN, D. C. C. Adições minerais para concreto estrutural. In: ISAIA,
G. C (Ed.). Concreto: ensino, pesquisa e realizações. São Paulo: Instituto
Brasileiro do Concreto IBRACON, vol. 1, cap.12, p. 345-380, 2005.

[28] VASSALO, E. A. S. Obtenção de Geopolímero a partir de metacaulim ativado. 2013. Dissertação (Mestrado em Construção Civil), Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

[29] PACHECO, T. F.; LABRINCHA, J.A. The future of construction materials research and the seventh Un Millennium Development Goal: A few insights. **Construction and Building Materials**. Elsevier, vol. 40, p.729-737, 2013.

 [30] DAVIDOVITS, J. Chemistry of geopolymeric systems, terminology.
 Proceedings of the Second International Conference Geopolymère. Saint-Quentin, France, p. 9-40, 1999.

[31] PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. Alkali-activated fly ashes: a cement for future. **Cement and Concrete Research,** vol. 29. p. 1323-1329, 1999.

[32] PROVIS, J. L.; BERNAL, S. A. Geopolymers and related alkali-activated materials. **Annual Review of Materials Research**, vol. 44. p. 299-327, 2014.

[33] SILVA, J. V. Síntese e caracterização de geopolímeros macroporosos com uso de peróxido de hidrogênio. 2019. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019.

[34] KHALE, D., CHAUDHARY, R. Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review. **Journal of Materials**, vol. 42. p. 729–746, 2007.

[35] SOMNA, K.; JATURAPITAKKUL, C.; KAJITVICHYANUKUL, P.; CHINDAPRASIRT. P. NaOH-activated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature. **Fuel**, vol. 90. p. 2118-2124, 2011.

[36] PANIAS, D.; GIANNOPOULOU, I.P.; PERRAKi, T. Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers. **Physicochemical and Engineering Aspects**, p. 246-254, 2007.

[37] DUXSON, P., MALLICOAT, S. W., LUKEY, G. C., KRIVEN, W. M., VAN DEVENTER, J. S. J. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin based geopolymers. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**. Elsevier, vol. 292, p. 8 – 20, 2007.

[38] P.de SILVA, SAGOE-CRENSTIL, K. SIRIVIVATNANON, V. Kinetics pf geopolymerization: role of Al₂O₃ and SiO₂. **Cement Concrete Research**, vol. 37, p.512-518, 2007.

[39] AOUAN, B. ALEHYEN, S. FADIL, M. ALOUANI, M. EL. KHABBAZI, A. ATBIR, A. TAIBI, M. Compressive strength optimization of metakaolin-base geopolymer by central composite design. **Chemical data collections**, vol.31, 100636, 2021.

[40] BEZERRA, B.P. MORELLI, M.R. LUZ, A.P. Effect of reactive sílica sources on the Properties of Na-metakaolin-base geopolymer binder. **Contruction and Building Materials**, vol. 364, 129989, 2023.

[41] ZHANG, B. KENNETH, J.D. MACKENZIE, IAN, W.M.B. Crystalline phase formation in metakaolinite geopolymers activated with NaOH and sodium silicate. **Journal of Materials Science**, vol. 44, p. 4668-4676, 2009.

[42] TEMPORÃO, D. V. Grouts à base de geopolímero e cal hidráulica natural para a consolidação de alvenarias antigas. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil - Perfil de Construção), Faculdade de Ciência e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, 2019.

[43] LUSO, E.; LOURENÇO, P. B.; FERREIRA, R. M. Injecções para consolidação de construções em terra: revisão do conhecimento e métodos de ensaio. 5º Seminário de Arquitectura de Terra em Portugal, Aveiro. 2007, p.165-169. ISBN 978-972-8479-49-7.

[44] VIANA, E. R. Avaliação do uso de vidro reciclado em substituição parcial da areia em argamassas geopoliméricas. 2018. Trabalho de

conclusão de curso (Bacharel em Engenharia Civil), Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2018.

[45] CILLA, M. S. Highly porous geopolymers: effect of the processing route on the reached properties. 2015. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2015.

[46] ROSSIGNOLO, J. A. Concreto leve de alto desempenho modificado com SB para pré-fabricados esbeltos: dosagem, produção, propriedades e microestrutura. 2003. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

[47] ROSSIGNOLO, J. A.; AGNESINI, M. V. C. Concreto estrutural leve. In: ISAIA, G. C. Concreto: ensino, pesquisa e realizações. São Paulo: Instituto Brasileiro do Concreto IBRACON, 2005.

[48] GOMES, P. C. C.; ALENCAR, T. F. F.; SILVA, N. V. et al. Obtenção de concreto leve utilizando agregados reciclados. **Ambiente Construído**. Scielo. nº3, vol.15, 2015. ISSN 1415-8876.

[49] SARTORTI, A. L. Comportamento dinâmico de lajes maciças de concreto leve com pérolas de EPS. 2015. Tese (Doutorado em Ciências), Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

[50] CATOIA, T. Concreto Ultraleve estrutural com pérolas de EPS: caracterização do material e estudo de sua aplicação em lajes. 2012. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola e Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.

[51] FRANÇA, S. C. A.; LUZ, A. B.; INFORÇATI, P. F. Rochas e Minerais Industriais: diatomita. 2^aed. **CETEM**, 2008, cap. 20. p. 451-465.

[52] GOMES, I. P.; BESSA, M. D. M. R.; CAVALCANTI, J. A. D. et al. **Materiais de construção civil na região metropolitana de Fortaleza**. CPRM, Fortaleza, nº18. 2016.

[53] UGARTE, J. F. O.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Rochas e Minerais Industriais: **Vermiculita**. 2^aed. CETEM, 2008, cap. 38. p. 865-887.

[54] FRANÇA, S. C. A. e LUZ, A.B. Utilização da vermiculita como adsorvente de compostos orgânicos poluentes da indústria do petróleo. In: XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. Recife, p. 547-553. 2002.

[55] BRASIL MINÉRIOS. Informações obtidas característica da vermiculita.2007. Disponível em: http://www.brasilminerios.com.br. Acesso em: nov. de2019.

[56] MEDRI, V.; PAPA, E.; MAZZOCCHI, M et al. Production and characterization of lightweight vermiculite/geopolymer-based panels. Materials & Design, Science Direct, 2015, vol. 85, p. 266-274. ISBN 0264-1275.

[57] CASTRO, W. A. M. Incorporação de resíduos de caulim em argamassas para uso na construção civil. 2008. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciência e Tecnologia, Campina Grande, 2008.

[58] MASTOKI, A. Utilização de Pó de madeira com granulometria controlada na produção de painéis de cimento-madeira. 2005. Tese (Doutorado em Ciências Florestais), Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2005.

[59] MONTANHEIRO, T. J.; YAMAMOTO, J. K.; KIHARA, Y. Característica e propriedades pozolânicas de arenitos opalinos da Serra de Itaqueri – SP. Revista do Instituto Geológico, São Paulo, v. 23, n.1, p. 13-24, 2002.

[60] SOUSA, S. N. Efeito da adição de diatomito nas propriedades tecnológicas dos geopolímeros. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Geológica), Universidade de Aveiro, Aveiro, 2016.

[61] HARBEN, P. W.; KUZVART, M. Diatomite: industrial minerals global geology. Industrial Minerals Information Ltd, London, p.161-167, 1997. [62] DANTAS, E. R. **Classificação da Diatomita no RN**. Monografia, UFRN, Departamento de Engenharia Civil,1982.

[63] SANTOS, E.A. MELO, M.A.F. MELO. D.M.A. FREITAS, J.C.O. MARTINELLI, A.E. MELO, V.R.M, MEDEIROS, R.L.B.A. Influence of diatomite addition in the properties of geopolymeric pastes: fluid loss control volume, thickening time and compressive strength. **Cerâmica**, vol. 61, p-309-316, 2015.

[64] ERNI, J.; TOSHIO, Y.; MUNTHALIC, M.; KABWADZA-CORNERC, P.;
AONOA, H.; MATSUEC N. Natural zeolites as potential materials for decontamination of radioactive cesium. Procedia Environmental Sciences, vol. 28, p. 52 – 56, 2015.

[65] RICCO, M. D. Ampliação de escala e análise econômica da produção de peneiras moleculares mesoporosas da Mobil Oil Co. Universidade Federal de São Paulo, 2018.

[66] IZIDORO, J. DE C. Estudos sobre a remoção de íons metálicos em água usando zeólitas sintetizadas a partir de cinzas de carvão. Universidade de São Paulo, 2008.

[67] SHINZATO, M. C. et al. Remoção de Pb2+ e Cr3+ em solução por zeólitas naturais associadas a rochas eruptivas da formação serra geral, bacia sedimentar do Paraná. Química Nova, vol. 32, n. 8, p. 1989–1994, 2009.

[68] ANTUNES, L. Estudo da cinética de adsorção de metais pesados no tratamento de drenagem ácida de mineração utilizando zeólitas do tipo 4a. Universidade do Extremo Sul Catarinense, 2012.

[69] GIANETTO, G.; MONTES, A.; RODRÍGUEZ, G. Zeolitas - características, propriedades y aplicaciones industriales. **Editorial Innovación Tecnológica**, ed.2, 2000.

[70] MASCARENHAS, A. J. S.; OLIVEIRA, E. C.; PASTORE, H. O. **Peneiras moleculares: selecionando as moléculas por seu tamanho**. Cadernos temáticos de química, p.25- 34, 2001.

[71] CALVO. B.; CANOIRA, L.; MORANTE, F.; MARTINEZ-BEDIA, M.; VINAGRE, C.; et al. Continuous elimination of Pb2+, Cu2+, Zn2+, H+ and Nh4+ from acidic waters by ionic exchange on natural zeolites. **Journal of Hazardous Materials**, nº166, p. 619–627, 2009.

[72] FIRAS, N.; YUNXIA YANG, P.; et al. Characteristics of a fully exchanged potassium chabazite zeolite prepared from decomposition of zeolite Y.
Microporous and Mesoporous Materials, vol. 117, ed 1-2, p. 497–507, 2009.

[73] LEYVA-RAMOS, R.; MONSIVAIS-ROCHA, J.; et al. Removal of ammonium from aqueous solution by ion exchange on natural and modified chabazite. **Journal of Environmental Management**, vol. 91, p. 2662-2668, 2010.

[74] YELIZ, Y. Characterization of two natural zeolites for geotechnical and geoenvironmental applications. **Applied Clay Science**, vol. 50, p.130–136, 2010.

[75] PACE, G.; RENDÓN, A.; FUENTES, G. Zeolitas: caracteristicas, propriedades y aplicaciones industriales. **Editorial Innovación Tecnológica.** vol. 2, 2000.

[76] BANDURA, L.; PANEK, R.; ROTKO, M.; FRANUS, W. Synthetic zeolites from fly ash for an effective trapping of btx in gas stream. **Microporous and Mesoporous Materials**, vol. 223, p. 1-9, 2016.

[77] COVARRUBIAS, C.; GARCÍA, R.; ARRIAGADA, R.; YÁNEZ, J.; GARLAND,
M. Cr(lii) exchange on zeolites obtained from kaolin and natural mordenite.
Microporous and Mesoporous Materials, vol.88, p. 220-231, 2006.

[78] BARCZYK, K.; MOZGAWA, W.; KROL, M. Studies of anions sorption on natural zeolites. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, vol.133, p. 876-882, 2014.

[79] KUCUKYILDIRIM, E.; UZAL, B. Characteristics of calcined natural zeolites for use in high-performance pozzolan blended cements. **Construction and Building Materials**, vol.73, p. 229-234, 2014.

[80] LUCCHI, F.; et al. Stratigraphy and significance of brown tuffs on the aeolian islands (Southern Italy). **Journal of Volcanology and Geothermal Research**, vol. 177, p. 49-70, 2008.

[81] KOMNITSAS, K.; ZAHARAKI, D. Geopolymerisation: A review and prospects for minerals industry. **Minerals Engineering**, n. 20, p. 1261-1277, 2007.

[82] ALMEIDA, J.M.F.; DAMASCENO JUNIOR, E.; OLIVEIRA, E.S.; FERNANDES, N.S.; Avaliação da resistência da perlita expandida a lixiviação ácida: variação dos parâmetros concentração, tempo e agente lixiviante, 22º CBECIMAT, NATAL – RN, 2016.

[83] TEDESCO, T.D.C. Desenvolvimento de argamassas utilizando granulometrias distintas de perlita. UFSC, Joinville – SC, 2016.

[84] KARAKAS, H. IIKENTAPAR, S. DURAK, U. ORKLEMEZ, E. OZUZUN, S. KARAHAN, O. ATIS, D.C. Properties of fly ash-based lightweight-geopolymer mortars containing perlite aggregates: mechanical, microstructure, and thermal conductivity coefficient. **Constuction and Building Materials**, vol. 362, 129717, 2023.

[85] RASHAD, A.M. KHALIL, M.H. EL-NASHAR, M.H. Insulation efficiency of álcali-activated lightweight mortars containing different ratios of binder/expanded perlite fine aggregate. **Innovative Infrastructure Solutions**, vol. 156, 2021.

[86] SOARES, J.C. DIAS, D.P. CARVALHO, E.A. AZEVEDO, J.S. Determination of shear strength by iosipescu (V-notch) method of metakaolin-based geopolymeric resins activated by diferente silicate and hydroxide combinations. **Construction and Building Materials,** vol. 275, p.122120, 2021.

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

[88] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 16607-Cimento Portland: definição dos tempos de pega. 2018. [89] VICTOR.J. O aparelho de vicat e a duração da pega do cimento. 2020. Disponível em: https://www.guiadaengenharia.com. Acesso 16 de janeiro de 2023.

[90] SHAO, J. XINYU, L. YANG,K. ZHENG, T. YINGJIE, Q. ZHANG, L. LI, H. COLOMBO, P. Open-cell mullite ceramic foams derived from porous geopolymer precursors with tailored porosity. **Journal of Advanced Ceramics**, vol. 12, p. 279-295, 2023.

[91] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 5739-Concreto: ensaio de compressão de amostras cilíndricas. 1994.

[92] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR – 12142 -Concreto-determinação de resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos. 1991.

[93] ASTM E1876-15 Standar test method for dynamic Young's, shear modulus, and poisson's ratio by impulse excitation of vibration. 2006.

[94] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15498**: placas de fibrocimento sem amianto. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

[95] PERNÁ et al, 2007 apud PACHECO-TORGAL, F.; MOURA, D.; DING, Y.; JALALI, S. Composition strength and workability of alkali-activated metakaolin based mortars. **Construction and Buildings Materials**, vol. 25, p. 3732-3745, 2011.

[96] LOT, A.V. MELCHIADES, F.G. BOSHI, A.O. Influência das características de metacaulins no desempenho de geopolímeros. **Cerâmica Industrial**, vol. 20 2015.

[97] CATAURO, M. BOLLINO F. PAPALE, F. LAMANNA, G. Investigation of the sample preparation and curing treatment effects on mechanical Properties and bioactivity of sílica rich metakaolin geopolymer. **Materials Science and Engineering**, vol. 36, p. 20-24, 2014.

[98] PALOMO, A. GRUTZECK, M.W. BLANCO, M.T. Alkali-activated fly ashes: a cement for the future, **Cement Concrete Research**, vol. 29, p. 1323–1329, 1999.

[99] MESQUITA, R.M. **Desenvolvimento de cerâmicas porosas à base de nitreto de silício**. Dissertação (Mestrado em Ciências na área de tecnologia nuclear-materiais), Instituto de pesquisas energéticas e nucleares, São Paulo, 2009.

[100] CASTRO, A.L. LIBORIO, J.B.L. PANDOLFELLI, V.C. Performance of advanced concretes for Building site designed by computing mix proportion technique. **Cerâmica**, vol. 55, p. 233-251. 2009.

[101] MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais. Tradução de Paulo Helene et al. 1. ed. São Paulo: **Pini**, p. 580, 1994.

[102] LAHOTI, M. WONG, K.K. EM-HUA, Y. TAN, K.H. Effects of Si/Al molar ratio on strength Endurance and volume stability of metakaolin geopolymers subject to elevated temperature. **Ceramics International**, vol. 44, p. 5726-5734, 2018.

[103] KRÓL, M. ROZEK, P. CHLEBDA, D. MOZGAWA, W. ATR/FT-IR studies of zeolite formation during álcali-activation of metakaolin. **Solid State Sciences**, vol. 94, p.114-119, 2019.

[104] YUAN, J.; HE, P.; JIA, D.; Yang, C.; ZHANG, Y.; YANG, Z.; DUAN, X.; WANG, S.; ZHOU, Y. Effect of curing temperature and SiO2/K2O molar ratio on the performance of metakaolin-based geopolymers. **Ceramics International**, vol. 42, p. 16184–16190, 2016.

[105] PROVIS, J.L. VAN DEVENTER, J.S. L. Geopolymers: estruturas, processing, properties and industrial applications, 1.ed. Woodhead Publishing, p.464, 2009.

[106] XUE M. ZHANG, Z. WANG, A. The transition of fly ash-base geopolymer gels into ordered structures and the effect on the compressive strength. **Construction and Building Materials**, vol.104, p. 25-33, 2016.

APÊNDICE A

Foi realizado um estudo preliminar para verificar o desempenho dos concretos na resistência mecânica à compressão inicial, 1 dia de cura, em relação a % em peso do agregado no traço de concreto, Tabela A1.

Tabela A.1 – Análise de resistência mecânica à compressão inicial em relação % em peso de agregado vermiculita.

Concreto	%peso de agregado	Resistência mecânica à compressão inicial MPa		
V1	5	6,55		
V ₁	10	1,87		
V ₁	20	0,41		

Pode-se observar que para a menor adição de agregado maior o valor de resistência mecânica à compressão. Diante disso, para todos os concretos elaborados foram adicionados 5% em peso de agregado em relação a pasta geopolimérica.

Foi também realizado um estudo preliminar para verificar o desempenho da pasta geopolimérica/amostra de referência, ou seja, amostra sem adição de agregado em função do método de preparo de solução ativadora. A solução ativadora foi analisada em duas vertentes: i) dissolver o silicato de sódio na mesma proporção de 1:1 na solução de hidróxido de sódio 12M – amostra Rd; ii) solução de silicato de sódio 12M + solução de hidróxido de sódio 12M na proporção 1:1 – amostra R.

Foram preparadas amostras cilíndricas com os dois métodos de preparo de solução ativadora, e analisou-se de maneira comparativa a resistência mecânica à compressão (1,7,14 e 28 dias de cura), módulo de Young à frio (1, 7, 14 e 28 dias), AA, PA e DA. Os resultados estão apresentados na Tabela A2.

De acordo com a Tabela A2, pode-se concluir que a amostra de referência obtida pelo método de solução ativadora com dissolução de solução de silicato de sódio 12M + solução de hidróxido de sódio 12M na proporção 1:1, foi eficaz em comparação ao método de dissolver o silicato de sódio na mesma proporção de 1:1 na solução de hidróxido de sódio 12M.

Tabela A2 – Análise comparativa do método de obtenção de solução ativadora na amostra de referência (sem agregados).

Amostra	RMC (MPa)	ME (GPa)	AA(%)	PA (%)	DA (g/cm ³)
Rd-1d	4,62	0,98		23,54	1,22
Rd-7d	12,01	2,79	10.00		
Rd-14d	11,88	3,35	19,22		
Rd -28d	13,16	4,91			
R-1d	38,31	8,59		19,07	1,67
R-7d	40,22	9,14	11 11		
R-14d	36,8	10,54	11,44		
R -28d	39.24	11.27			

Legenda: RMC: Resistência mecânica à compressão; *ME: Módulo de Young à frio

Para ambas as amostras analisadas, com os dois tipos de solução ativadora, foram obtidas densidades inferiores a 2 g/cm³, o que as caracterizam como estruturas leves, e conforme a Tabela A2, a amostra R apresentou valores superiores na análise comparativa com Rd em resistência mecânica à compressão - RMC e Módulo de Young à frio - ME, além disso apresentou valores inferiores de AA e PA, que contribuíram para o ganho de resistência mecânica.

Por esses resultados preliminares optou-se pela padronização da solução ativadora com dissolução de solução de silicato de sódio 12M + solução de hidróxido de sódio 12M na proporção 1:1.