

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

**AVALIAÇÃO DE PASTAS E ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS POROSAS
OBTIDAS A PARTIR DA INCORPORAÇÃO DE ESPUMA PRÉ-FORMADA**

Gustavo de Albuquerque Soares

São Carlos-SP
2024

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

**AVALIAÇÃO DE PASTAS E ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS POROSAS
OBTIDAS A PARTIR DA INCORPORAÇÃO DE ESPUMA PRÉ-FORMADA**

Gustavo de Albuquerque Soares

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

Orientadora: Dra. Ana Paula da Luz

Agência Financiadora: CNPq - Processo: 131030/2022-1

São Carlos-SP

2024

DEDICATÓRIA

Dedico essa Dissertação a minha companheira Graziella Munhoz, que esteve ao meu lado e que sempre me apoiou, ao meu pai biológico e pais de criação, aos meus professores de toda a minha educação, aos meus amigos e a todos aqueles que me ajudaram a ser quem sou, chegar onde estou, e crescer cada vez mais.

VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenheiro Civil pela Universidade do Estado do Amazonas
(2022).



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 Dissertação de Mestrado do candidato Gustavo de Albuquerque Soares, realizada em 17/07/2024.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Ana Paula da Luz (UFSCar)

Prof. Dr. Guilherme Yuuki Koga (UFSCar)

Prof. Dr. Marcelo Strozi Cilla (UFBA)

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

Agradeço a todos que, de alguma forma, contribuíram para o desenvolvimento desta pesquisa. De uma forma especial, agradeço:

- À minha orientadora Dra. Ana Paula da Luz pelo seu apoio, pela motivação que me fez cruzar o país e me sentir acolhido, pelas suas orientações, conselhos, paciência e a generosidade com as minhas limitações e por ter me ajudado a superar uma das etapas do caminho que desejo trilhar;

- Ao meu colega de laboratório e amigo MSc. Breno Parente Bezerra por todo o apoio acadêmico que me deu com orientações, conselhos, disposição a todo momento e por todo o conhecimento que me foi passado e que foram de extrema importância para sustentação dessa dissertação, além do estímulo a sempre questionar, melhorar e desenvolver, sendo fundamental para continuar o meu desejo de aperfeiçoamento profissional;

- Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - PPGCEM/UFSCar, especialmente à equipe da secretaria, pelos serviços prestados;

- À minha companheira Graziella Munhoz que ao longo destes anos de contribuiu de todas as formas para que eu sempre atingisse meus ideais, nunca desistisse de seguir em frente mesmo com a distância e que é um pilar em minha vida;

- Ao meu pai José Luís Soares, minha avó Silvia e meus pais não biológicos Vivaldo e Rozangela por todo o apoio de vida que me deram e que sem eles eu jamais seria quem sou;

- Aos meus amigos de vida e laboratório Mateus Oliveira e Vitória Kethelen, os quais considero um alicerce de minha vida acadêmica, por ter me acompanhado durante minha trajetória e me apoiando em todos os momentos felizes e infelizes (muitos);

- Aos meus colegas do GEMEC pelos momentos felizes, explicações, fofocas e por terem me acolhido;

- Às empresas Instituto de Pesquisas Tecnológicas, Metacaulim do Brasil, Nouryon e Camargo Química pelo fornecimento das matérias-primas utilizadas neste trabalho;

- Ao CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo 131030/2022-1; e

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

RESUMO

O desenvolvimento de materiais sustentáveis tem sido alvo de vários estudos em um amplo contexto tecnológico. Neste sentido, os geopolímeros são apontados como potenciais ligantes para diversas aplicações, inclusive atuando como alternativa ao cimento Portland. Este estudo investigou a produção e as propriedades de pastas e argamassas geopoliméricas porosas, preparadas a partir da mistura de metacaulim com solução alcalina contendo nano-sílica e NaOH. Cerca de 0,45%-peso de goma xantana foi adicionada a solução de água e agente espumante durante a preparação das espumas, visando possibilitar a formação de bolhas estáveis e pequenas, as quais são fundamentais para a elaboração de geopolímeros porosos homogêneos e com poros uniformes. A incorporação de 5% a 10%-peso de espuma pré-formada às pastas geopoliméricas produzidas proporcionou a obtenção de corpos de prova com baixa densidade, alta porosidade, baixo módulo de elasticidade e reduzida resistência mecânica. Em geral, as pastas apresentaram diâmetros médios de poros entre 99 e 137 μm e alta permeabilidade ao ar, devido a interconectividade dos poros presentes. No caso das argamassas porosas, avaliou-se composições contendo geopolímero ou cimento Portland como ligantes e diferentes teores de espuma. Amostras com baixa densidade (1,18 a 2,11 g/cm^3) e alta porosidade foram obtidas. Aquelas contendo geopolímero apresentaram maior porosidade total quando comparadas às cimentícias. Esta característica resultou em composições com baixa rigidez e resistência mecânica, além de reduzida condutividade térmica (0,29-0,34 W/mK). Os resultados confirmaram a viabilidade da produção de microestruturas porosas e homogêneas, destacando o grande potencial dos geopolímeros para atuarem como substitutos do cimento Portland em composições de argamassas leves.

Palavras-chave: Geopolímeros; Espuma pré-formada; Cerâmicas porosas; Condutividade térmica.

ABSTRACT

EVALUATION OF POROUS GEOPOLYMERIC PASTES AND MORTARS OBTAINED FROM THE INCORPORATION OF PREFORMED FOAM

The development of sustainable materials has been the subject of various studies in a broad technological context. In this regard, geopolymers are identified as potential binders for various applications, including acting as an alternative to Portland cement. This study investigated the production and properties of porous geopolymeric pastes and mortars, prepared from a mixture of metakaolin with an alkaline solution containing nano-silica and NaOH. Approximately 0.45 wt.% of xanthan gum was added to the water and foaming agent solution during foam preparation to enable the formation of stable and small bubbles, which are fundamental for the preparation of homogeneous porous geopolymers with uniform pores. The incorporation of 5 wt.% to 10 wt.% of pre-formed foam into the produced pastes resulted in the creation of specimens with low density, high porosity, low modulus of elasticity and reduced mechanical strength. In general, the pastes exhibited average pore diameters between 99 and 137 μm and high air permeability due to the interconnectivity of the present pores. For the porous mortars, compositions containing geopolymer or Portland cement as binders and different foam contents were evaluated. Samples with low density (1.18 to 2.11 g/cm^3) and high porosity were obtained. Those containing geopolymer showed higher total porosity compared to cementitious ones. This characteristic resulted in compositions with low stiffness and mechanical resistance, as well as low thermal conductivity (0.29-0.34 $\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$). The results confirmed the feasibility of producing porous and homogeneous microstructures, highlighting the great potential of geopolymers to act as substitutes for Portland cement in lightweight mortar compositions.

Keywords: Geopolymers; Preformed foam; Porous ceramics; Thermal conductivity

PUBLICAÇÕES

SOARES, G. A.; LUZ, A. P. **Avaliação de geopolímeros porosos obtidos a partir da incorporação de espuma pré-formada.** Anais do 67° Congresso Brasileiro de Cerâmica. Florianópolis-SC: 2023, p. 1-10.

BEZERRA, B. P.; SOARES, G. A.; MORELLI, M. R.; LUZ, A.P. **Recycling of roof tile waste in the manufacturing of high-temperature metakaolin-based geopolymer composites.** Cerâmica, v. 69, p. 242-247, 2023.

SOARES, G. A.; LUZ, A. P. **Avaliação de argamassas geopoliméricas e cimentícias porosas obtidas a partir da incorporação de espuma pré-formada.** Anais do 68° Congresso Brasileiro de Cerâmica. Santos-SP: 2024, p. 1-10.

BEZERRA, B. P.; SOARES, G. A.; dos Santos, R. M.; LUZ, A.P. **Avaliação de um resíduo da extração de sulfato de alumínio como precursor alternativo para a produção de geopolímeros.** Anais do 68° Congresso Brasileiro de Cerâmica. Santos-SP: 2024, p. 1-10.

SOARES, G. A.; BEZERRA, B. P.; LUZ, A.P. **Análise da viabilidade de uso do bagaço da casca de coco para a obtenção de placas leves geopoliméricas.** Anais do 68° Congresso Brasileiro de Cerâmica. Santos-SP: 2024, p. 1-10.

PREMIAÇÃO

Terceiro melhor trabalho apresentado no 68° Congresso Brasileiro de Cerâmica (Santos, 2024) concedido pela Associação Brasileira de Cerâmica ao trabalho intitulado “Avaliação de um resíduo da extração de sulfato de alumínio como precursor alternativo para a produção de geopolímeros”.

SUMÁRIO

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS	ii
RESUMO.....	iv
ABSTRACT	v
PUBLICAÇÕES.....	vi
SUMÁRIO.....	vii
ÍNDICE DE TABELAS	x
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
SÍMBOLOS E ABREVIações.....	xv
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Considerações iniciais e justificativa	1
1.2 Objetivos.....	4
1.2.1 <i>Objetivo geral</i>	4
1.2.2 <i>Objetivos específicos</i>	4
2 REVISÃO DA LITERATURA	5
2.1 Concreto leve	5
2.1.1 <i>Definição</i>	5
2.1.2 <i>Concreto celular e suas propriedades</i>	6
2.2 Geopolímeros	9
2.2.1 <i>Histórico e definição</i>	9
2.2.2 <i>Matérias-primas e constituintes</i>	12
2.2.3 <i>Mecanismos de geopolimerização</i>	14
2.2.4 <i>Aplicações dos geopolímeros</i>	18
2.3 Geopolímeros Porosos.....	21
2.3.1 <i>Conceito e normas aplicadas</i>	21
2.3.2 <i>Métodos de processamento e obtenção</i>	23
2.3.3 <i>Desafios associados à incorporação de espuma pré-formada em geopolímeros</i>	27
2.3.3.1 <i>Características das espumas</i>	27
2.3.3.2 <i>Mecanismos de desestabilização</i>	28

2.3.3.3	Parâmetros importantes para a adequada incorporação das espumas às composições geopoliméricas.....	30
2.3.4	<i>Propriedades de geopolímeros porosos</i>	31
2.3.4.1	Propriedades no estado fresco.....	31
2.3.4.2	Propriedades no estado endurecido.....	34
2.3.5	<i>Potenciais aplicações para geopolímeros porosos</i>	42
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	44
3.1	Fluxograma do projeto de pesquisa	44
3.2	Seleção de matérias-primas	44
3.3	Síntese do geopolímero.....	45
3.4	Preparação das pastas e argamassas geopoliméricas porosas.....	46
3.5	Ensaio de caracterização.....	50
3.5.1	<i>Difração de raios X (DRX)</i>	50
3.5.2	<i>Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)</i> 50	
3.5.3	<i>Estabilidade da espuma pré-formada</i>	51
3.5.4	<i>Distribuição de tamanho de partículas</i>	51
3.5.5	<i>Fluidez</i>	51
3.5.6	<i>Densidade e porosidade aparentes e absorção de água</i>	52
3.5.7	<i>Resistência à compressão uniaxial e à flexão em três pontos</i>	53
3.5.8	<i>Porosidade total e diâmetro médio dos poros</i>	53
3.5.9	<i>Módulo de elasticidade a frio (MOE)</i>	54
3.5.10	<i>Permeamtria ao ar e a temperatura ambiente</i>	55
3.5.11	<i>Condutividade térmica</i>	55
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	57
4.1	Estabilização da espuma e caracterização das pastas geopoliméricas porosas	57
4.1.1	<i>Estabilidade da espuma pré-formada</i>	57
4.1.2	<i>Caracterização físico-mecânica das pastas geopoliméricas após incorporação da espuma pré-formada</i>	59
4.1.3	<i>Características mineralógicas e microestruturais das amostras</i>	62
4.1.4	<i>Permeabilidade das pastas produzidas</i>	65

4.2	Formulação e caracterização das argamassas cimentícias e geopoliméricas com e sem adição de espuma.....	67
4.2.1	<i>Determinação das composições de referência</i>	67
4.2.2	<i>Análise das fases e ligações presentes na argamassa cimentícia</i>	69
4.2.3	<i>Análise das propriedades físico-mecânicas</i>	71
4.2.4	<i>Características microestruturais</i>	76
4.2.5	<i>Comportamento de permeabilidade ao ar</i>	79
4.2.6	<i>Avaliação da condutividade térmica das argamassas porosas</i>	80
4.3	Considerações finais: Pasta e argamassas porosas	82
5	CONCLUSÕES	84
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	86
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87
	APÊNDICE A.....	106

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 – Marcos na química de aluminossilicatos [37].	10
Tabela 2.2 – Razões molares otimizadas dos óxidos para a produção de geopolímeros [61,62]......	17
Tabela 2.3 – Comparativo entre as propriedades dos geopolímeros e do cimento Portland comum (OPC) [66].	19
Tabela 2.4 – Densidade, porosidade e condutividade térmica de geopolímeros porosos produzidos a partir da incorporação de espuma pré-formada.	34
Tabela 2.5 – Dados de diferentes sistemas geopolimérico porosos, sendo destacado os valores de densidade aparente, porosidade total e resistência à compressão.....	37
Tabela 2.6 – Resumo de dados de trabalhos encontrados na literatura que abordam a produção e avaliação de geopolímeros porosos obtidos com a incorporação de espuma.....	40
Tabela 4.1 – Análise da evolução do módulo de elasticidade até 28 dias de idade	62
Tabela 4.2 – Características dos poros contidos nas amostras obtidas após cura a 40°C por 24h.	65
Tabela 4.3 – Características dos poros contidos nas amostras das argamassas obtidas após cura a 40°C por 72h.	77
Tabela 4.4 – Densidade e condutividade térmica de argamassas cimentícias e geopoliméricas porosas.	81
Tabela 4.5 – Composições ótimas de pasta e argamassas.	83

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 – Tipos de concreto leve: a) poroso; b) contendo agregados leves; ou c) sem finos [23].	5
Figura 2.2 - Diagrama ternário dos materiais cimentícios [53].	13
Figura 2.3 - Modelo conceitual para geopolimerização [57,58].	15
Figura 2.4 - Classificação dos diferentes tipos de geopolímeros [63].	18
Figura 2.5 – Tipos de geopolímeros envolvidos em aplicações bem-sucedidas [63].	19
Figura 2.6 – Uso de geopolímero como: (a) material de reparo de pavimentos; (b) vigas de concreto com camadas de composto de carbono geopolímero; (c) piso residencial; (d) painéis externos pré-fabricados; (e) e avião desenvolvido a partir de moldes geopoliméricos [63,70].	20
Figura 2.7 – Número de publicações de 2008 a 2018 sobre geopolímeros porosos [74].	22
Figura 2.8 – Evolução do escopo da pesquisa e tendências verificadas no estudo de geopolímeros porosos [72].	23
Figura 2.9 – Rotas de produção de cerâmicas macroporosas a partir dos métodos (a) da réplica, (b) de sacrifício de modelo, (c) de manufatura aditiva e (d) de espumação direta [79,80].	24
Figura 2.10 – Esquema típico da produção de geopolímeros porosos pela rota de espumação direta [15].	27
Figura 2.11 – Estrutura da espuma em diferentes escalas e destaque a espuma poliédrica e esférica [72,93].	28
Figura 2.12 – Principais mecanismos de desestabilização da espuma [93].	29
Figura 2.13 – (a) Variação da viscosidade das pastas geopolimérica com o tempo para composições onde foi considerado distintas relações W/B (0,4 a 0,6) e o emprego de precursores com diferentes áreas superficiais (S4000 e S6000). (b) Medidas de viscosidades da pasta aglutinante fresca em função do tempo de cura [99,100].	32
Figura 2.14 – (a) Efeito do ativador na estabilidade da espuma aquosa e (b) Retração da argamassa geopolimérica porosa fresca como tempo [16].	33

Figura 2.15 – (a) Relação densidade seca e porosidade total e (b) condutividade térmica e teor de espuma de uma pasta geopolimérica porosa [104].	35
Figura 2.16 – Efeito da elevação de temperatura de queima na (a) resistência à compressão e (b) variação linear dimensional de geopolímeros porosos preparados a partir de misturas de cinza volante e escória [88].	36
Figura 2.17 – Evolução da resistência à compressão e absorção de água de geopolímeros porosos em função da densidade destes materiais [107].	38
Figura 2.18 – Relação entre o módulo de elasticidade e da resistência à compressão de geopolímeros porosos [109].	39
Figura 3.1 – Fluxograma proposto para o desenvolvimento deste estudo.	44
Figura 3.2 – Fluxograma (a) pasta geopolimérica/geopolimérica porosa.	46
Figura 3.3 – Representação ilustrativa do sistema gerador de espuma utilizado neste trabalho.	47
Figura 3.4 – Fluxograma da argamassa geopolimérica/geopolimérica porosa e argamassa cimentícia/concreto celular.	49
Figura 3.5 – Equipamento LaserComp modelo FOX 304 para análise de condutividade térmica [121].	56
Figura 4.1 – Drenagem líquida das espumas preparadas após 80 minutos. Para aumentar a estabilidade da espuma, várias quantidades de goma xantana foram introduzidas na solução aquosa inicial: a) 0, b) 0,18, c) 0,25 e d) 0,45 (% em peso). Também são fornecidas imagens que ilustram as características das bolhas, com foco em apontar o início do fenômeno de drenagem.	58
Figura 4.2 – (a) Densidade aparente e (b) porosidade (aparente, fechada e total) e absorção de água dos geopolímeros porosos contendo quantidades distintas de espuma pré-formada (0 a 10%-peso).	60
Figura 4.3 – (a) Resistência à compressão e à flexão (3 pontos) dos geopolímeros porosos contendo quantidades distintas de espuma pré-formada (0 a 10%-peso) e (b) relação entre resistência mecânica e porosidade total dos corpos de prova.	61
Figura 4.4 – (a) Espectros ATR-FTIR e (b) difratogramas de raios X do metacaulim, reagente líquido alcalino e/ou pasta geopolimérica avaliados neste estudo.	63

Figura 4.5 – Imagens de MEV dos geopolímeros preparados contendo (a) 0 (b) 5 (c) 7,5 ou (d) 10 (%-p) de espuma. As amostras foram curadas a 40°C por 24 horas antes dos ensaios.....	64
Figura 4.6 – Mapa de permeabilidade e comparação dos valores de k_1 e k_2 medidos dos geopolímeros porosos (contendo 0-10%-peso de espuma pré-formada) com materiais distintos.....	66
Figura 4.7 – Resistência à compressão das: (a) argamassas cimentícias (OPCM) contendo diferentes teores de ligante e relações a/c; e (b) argamassas geopoliméricas (GPM) preparadas com diferentes relações solução/precursor (0,7-0,9) e adição de água (água/precursor = 0,038 ou 0,087). As amostras analisadas foram obtidas após a etapa de cura a 40 °C por 72 h.	68
Figura 4.8 – (a) Espectros ATR-FTIR e (b) resultado de difração de raios X da argamassa cimentícia (OPCM) após etapa de cura a 40 °C por 72 h. As seguintes fases foram identificadas: ϵ = Etringita - $\text{Ca}_6(\text{Al}(\text{OH})_6)_2(\text{SO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_{26}$ (ICSD 01-072-0646), ρ = Hidróxido de Cálcio, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (ICSD 01-084-1265), τ = Quartzo alpha, SiO_2 (ICSD 01-078-1252), σ = Calcita, $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ (ICSD 01-081-2027) e δ = Silicato de Cálcio, Ca_2SiO_4 (ICSD 00-023-1043).	70
Figura 4.9 – (a) Densidade aparente, (b) porosidade (aparente, fechada e total) e absorção de água das argamassas porosas produzidas com diferentes teores de espuma pré-formada (0-7%-p para OPCM e 0-17%-p para GPM).....	72
Figura 4.10 – Módulo de elasticidade dos corpos de prova obtidos após a etapa de cura a 40°C por 24h. OPCM = argamassa à base de cimento Portland e GPM = argamassa a base de geopolímero. Valores indicados no eixo x representam a quantidade de espuma incorporada às argamassas (%-p).	74
Figura 4.11 – a) Compressão uniaxial e b) flexão em três pontos das argamassas porosas produzidas com diferentes teores de espuma pré-formada (0-7%-p para OPCM e 0-17%-p para GPM). As amostras foram ensaiadas após cura a 40°C por 72h.	75
Figura 4.12 – Imagens de MEV das argamassas geopoliméricas e cimentícias contendo (a) 0%, (b) 15% (c), 17%-p e (d) 0%, (e) 5%, (f), 7%-p de espuma, respectivamente. As amostras foram previamente curadas a 40°C por 72 horas.	76

Figura 4.13 – Distribuição do tamanho dos poros das argamassas endurecidas.	78
Figura 4.14 – Constantes de permeabilidade k_1 e k_2 medidos das argamassas geopoliméricas e cimentícias porosas (contendo, respectivamente, 0-17%-peso e 0-7%-peso de espuma pré-formada).....	79

SÍMBOLOS E ABREVIações

- A:** Área de contato
- AA:** Absorção de Água
- ABNT:** Associação Brasileira de Normas Técnicas
- a/c:** Relação água/cimento
- ASTM:** American Standard for Testing of Materials
- b:** Largura
- CP:** Corpo de Prova
- CS:** Sílica Coloidal
- CSH:** Silicato de Cálcio Hidratado
- D:** Diâmetro do Corpo de Prova
- DA:** Densidade Aparente
- D_{exp}:** Diâmetro Médio de Espalhamento
- D_{inf}:** Diâmetro Inferior do Molde Cônico
- DR:** Densidade Real
- DRX:** Difração de Raios X
- EMMA:** End-Member Mixing Analysis
- f_f:** Frequência Fundamental
- FTIR:** Espectroscopia no Infravermelho com Transformada De Fourier
- GCCA:** Global Cement and Concrete Association
- GPM:** Argamassa à base de geopolímero
- GX:** Goma Xantana
- h:** Altura
- IPT:** Instituto de Pesquisas Tecnológicas
- k:** Condutividade térmica
- K₁:** Permeabilidade Darciana
- K₂:** Permeabilidade não-Darciana
- L:** Espessura ou comprimento
- L_a:** Distância Entre Apoios
- m:** Massa
- m_i:** Massa Imersa
- MKHP:** Metacaulim HP Ultra

MOE: Modulo de Elasticidade

m_s: Massa Seca

m_{sat}: Massa Saturada

NBR: Norma Brasileira

OPC: Cimento Portland Comum (Ordinary Portland Cement)

OPCM: Argamassa à base de cimento Portland

PA: Porosidade Aparente

P_i: Pressão absoluta na entrada

P_{máx}: Carga de Ruptura

P_o: Pressão absoluta na saída

PT: Porosidade Total

Q: Potência em estado estacionário

SNIC: Sindicato Nacional da Indústria do Cimento

SS: Silicato de sódio

t: Espessura

v_s: Velocidade do fluido percolante

W/B: Relação água/ligante

T₁: Fator de correção

ρ: Densidade

μ: Viscosidade do ar

σ_c: Tensão Compressiva Máxima

σ_r: tensão de ruptura

ΔT: Diferença de Temperatura

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais e justificativa

O cimento Portland comum (OPC) é um dos materiais de construção mais utilizados no mundo e é o principal componente do concreto. Este último, por sua vez, é amplamente utilizado na construção civil devido a suas interessantes propriedades, como: durabilidade, resistência à ataques químicos e, principalmente, devido a sua resistência à compressão. Conforme o Sindicato Nacional da Indústria do Cimento (SNIC) [1], a comercialização do OPC em janeiro de 2023 teve um aumento de 6,3% em relação ao mesmo mês de 2022 e, ainda, um incremento de 7,9% frente ao mês de dezembro de 2022. O aumento da produção de OPC condiz com a vasta urbanização crescente.

Entretanto, em contrapartida com as vantagens do uso de OPC, a sua principal desvantagem é a baixa sustentabilidade associada a elevada emissão de dióxido de carbono (CO_2) que ocorre durante sua fabricação. Segundo a Global Cement and Concrete Association (GCCA) [2], a produção de cimento é responsável por cerca de 7% das emissões globais de CO_2 e a maior parte dessa emissão é proveniente da queima do calcário utilizado, além deste ainda ser um processo de grande consumo energético [3]. Segundo Licht *et al.* [4], a produção de uma tonelada de OPC acarreta na liberação de 0,9 toneladas de CO_2 , o que é um dado alarmante.

Esses fatos impulsionam pesquisas no âmbito da procura de materiais alternativos que possam servir como substitutos parciais ou totais do OPC e que mantenham e/ou melhorem as características dos produtos que contenham tal ligante, objetivando, também, a tentativa de construção neutra em carbono [5,6]. Muitas pesquisas foram realizadas e obtiveram bons resultados na busca da substituição parcial do OPC convencional por meio da utilização de subprodutos industriais e resíduos. Adicionalmente, o interesse em achar um substituto total não ficou para trás e sendo o ligante geopolimérico um possível candidato.

Estes polímeros inorgânicos foram desenvolvidos por Davidovits em 1978 através da mistura de materiais contendo um alto teor de sílica e alumina e

soluções ativadoras alcalinas compostas, por exemplo, por hidróxidos e silicatos de sódio ou potássio [7]. O termo geopolímero, adotado por Davidovits, remete à semelhança que o material tem com materiais advindos do solo (“geo”), como rochas, e a segunda parte (“polímero”) faz referência à cadeia longa formada pela química dos aluminossilicatos [8].

O interesse nos geopolímeros e a sua aplicação como materiais ligantes está relacionado ao fato de este ser um material com propriedades tecnológicas interessantes e sustentável (a depender da combinação precursor/ativador utilizada), com baixo teor de carbono incorporado e, também, por ele apresentar propriedades como resistência ao fogo, à corrosão química, elevada resistência à compressão obtida em tempos curtos (< 24 horas), dentre outras [9]. Tais polímeros inorgânicos possuem as mais diversas aplicações, podendo ser utilizados em rejunte, argamassa, concretos simples e armado, e também em produtos como tijolos, cerâmicas refratárias, isolantes térmicos, para encapsulamento de resíduos tóxicos e radioativos, etc. [10,11].

O desenvolvimento de matrizes geopoliméricas eficientes e com propriedades otimizadas é objeto de diversas pesquisas [12–14], uma vez que se trata de materiais não normatizados e que podem apresentar diferentes características, com uma ampla gama de possíveis matérias-primas que podem ser utilizadas em sua produção, além de toda a complexidade química relacionada a sua formulação.

Ainda, uma vertente que tem ganhado destaque é a produção de geopolímeros leves, principalmente os porosos. De forma sucinta, se trata da produção de composições contendo propositalmente vazios na matriz geopolimérica, os quais podem ser obtidos com o uso de diferentes técnicas (método de réplica, método do material de sacrifício, manufatura aditiva e espumação direta) e com o objetivo de produzir materiais com baixa densidade [15].

Dentre os métodos indicados acima, o mais utilizado para obtenção de geopolímeros porosos é o de espumação direta, o qual consiste na inserção de bolhas de ar ou gás no geopolímero a partir de agentes químicos que resultam em produtos gasosos, agentes ativados por agitação mecânica ou, ainda,

através da mistura entre uma espuma pré-formada e o geopolímero [15]. Porém, desafios ainda são encontrados para garantir o controle do tamanho e distribuição destes poros na matriz, devido à instabilidade das bolhas geradas durante o processamento e a interação destas com as demais matérias-primas contidas nas composições estudadas. Além disso, o balanço entre quantidade de poros resultante na microestrutura e a resistência mecânica das peças produzidas é um critério importante para garantir o manuseio e aplicação destes materiais em diversas situações.

Algumas aplicações podem tirar proveito direto do uso dos geopolímeros porosos como ligantes em substituição aos cimentos convencionais. Por exemplo, a tendência de utilização de concretos leves, principalmente aerados, na construção civil está relacionada a benefícios como redução de carga estrutural, elevada resistência ao fogo e baixa condutividade térmica [16]. Feng *et al.* [17] e Novais *et al.* [18] reportaram que o desenvolvimento de geopolímeros leves, à base de cinza volante e preparados com peróxido de hidrogênio (H_2O_2) como agente espumante, resultou na obtenção de materiais com baixa densidade e condutividade térmica (k) variando entre 0,080 e 0,107 W/m.K. Outros autores [19] empregaram espuma pré-formada na elaboração de um geopolímero composto por escória granulada de alto-forno, sendo medidos valores de k de 0,20-0,25 W/m.K a temperatura ambiente. Tais dados demonstram a excelência destes materiais para uso como isolante térmico em edificações, visto que normas como a NBR 15.575-1 e NBR 15.220-3 tem valores limites de 1,75 e 0,65 W/m.K, respectivamente.

Em virtude da boa estabilidade térmica destes polímeros inorgânicos [20–22], identifica-se ainda o potencial de aplicação deles em cerâmicas refratárias destinadas a aplicação como isolantes térmicos, as quais podem ser utilizadas para satisfazer os requisitos de melhorar o controle do consumo energético de equipamentos que operam em altas temperaturas (até 1200°C).

Neste sentido, este projeto investigou o emprego do método de espumação direta na produção de pastas e argamassas geopoliméricas leves, a partir do estudo de parâmetros como: tipo de agente de espumação, uso de aditivo para promover a estabilização da espuma e variação do teor de espuma

a ser incorporado no geopolímero. Verificou-se ainda a viabilidade de se produzir formulações otimizadas apresentando fácil processamento, curto tempo de pega, com homogeneidade microestrutural e propriedades otimizadas quando comparadas com composições contendo cimento Portland como ligante.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo geral

Este trabalho tem como objetivo produzir e avaliar pastas e argamassas utilizando ligante geopolimérico e contendo a incorporação de diferentes teores de espuma pré-formada. Buscou-se o desenvolvimento de composições com adequado tempo de enrijecimento e otimizado balanço de resistência mecânica e condutividade térmica quando comparado com aquelas contendo cimento Portland como ligante.

1.2.2 Objetivos específicos

- Avaliar o efeito do uso de diferentes teores de goma xantana (GX) na estabilização das bolhas de espumas produzidas a partir de uma mistura de água + agente espumígeno.
- Investigar a incorporação de diferentes quantidades de espuma (0, 5, 7,5, 10 e 15%-peso) a uma pasta geopolimérica de referência e seus efeitos nas propriedades físicas e mecânicas dos corpos de prova produzidos;
- Elaborar argamassas à base de sílica/areia quartzosa e contendo diferentes teores da composição geopolimérica leve de melhor desempenho, visando identificar a interação das matérias-primas utilizadas com este ligante e a avaliar as propriedades físico-mecânicas e térmicas destas composições;
- Comparar o desempenho térmico e mecânico das argamassas de matriz geopolimérica com uma composição de referência (cimento Portland).

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Concreto leve

2.1.1 Definição

Por definição básica, o concreto é a mistura entre o material aglomerante, agregados miúdos e graúdos e água. Entretanto, com o passar dos anos muitos materiais foram descobertos e ganharam destaque na produção de novos tipos de produtos. Dentre os novos tipos de concretos, destaca-se aquele cuja principal característica é seu baixo peso em comparação com o produto comum e que, segundo Gomes *et al.* [23], são usualmente confeccionados a partir de ligantes hidráulicos e apresentam elevada porosidade e absorção de água.

O material supracitado se trata de um concreto leve e sua definição indica que se trata de um material que no estado endurecido e após seco em estufa apresenta uma massa específica inferior a $2,0 \text{ g/cm}^3$ e estes podem ser obtidos através do uso de agregados leves, sem finos ou porosos, como observado na Figura 2.1.

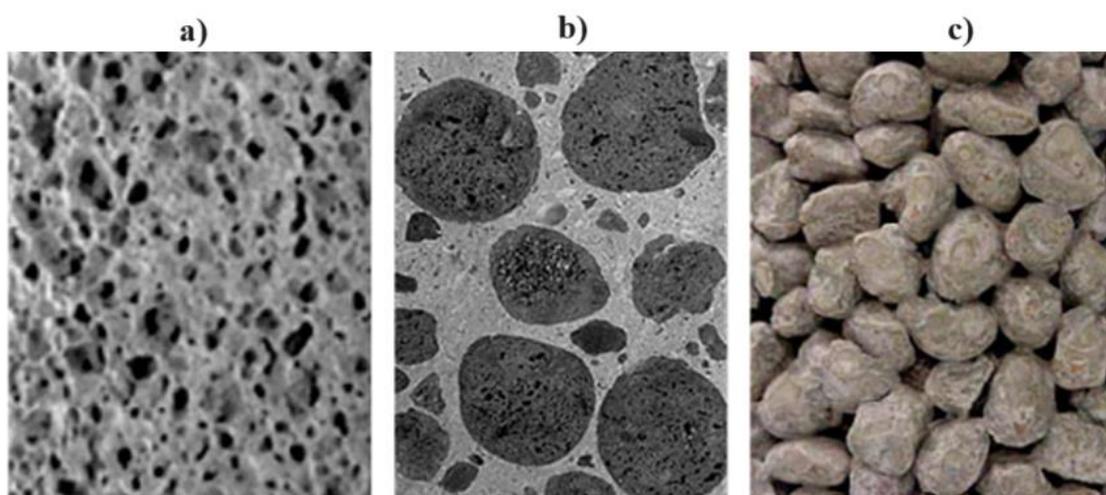


Figura 2.1 – Tipos de concreto leve: a) poroso; b) contendo agregados leves; ou c) sem finos [23].

Os concretos leves possuem diversos benefícios econômicos e ambientais, pois a sua reduzida densidade pode proporcionar uma redução do peso próprio das estruturas, resultando na possibilidade de redução da armadura no concreto e o volume de material utilizado. Além de promover maior facilidade do transporte de elementos pré-fabricados e sua montagem, aumento da resistência ao fogo (por ser um bom isolante térmico e acústico) e reduzir os impactos ambientais gerados pela excessiva exploração dos agregados convencionais [24,25].

2.1.2 Concreto celular e suas propriedades

No caso do concreto comum sempre houve a preocupação quanto a sua massa específica, levando a introdução de componentes leves em sua matriz cimentícia, com o intuito de aliviar o peso das estruturas. A busca por soluções alternativas resultou nos caminhos que levaram ao desenvolvimento do concreto celular.

Amran *et al.* [26] relatam que os romanos relacionaram a melhora da trabalhabilidade da argamassa de cal com a agitação do sangue animal (criação de bolhas) e sua inclusão na mistura. Por esta razão, os pesquisadores consideram os romanos como os criadores da concepção de concreto celular. Em 1923 a espuma de concreto começou a ser utilizada e Axel Eriksson patenteou o primeiro concreto celular à base de cimento, sendo este utilizado como componente isolante, em divisórias, estabilização de solos e enchimento de estruturas [27].

Nos últimos vinte anos, houve uma evolução na criação e disponibilização de superplastificantes, bem como o surgimento de agentes espumantes híbridos (proteicos e sintéticos), o que impulsionou o uso do concreto celular em maior escala. Neste sentido, um maior esforço para aplicar deste material na construção civil foi identificado, gerando estudos sobre suas características e comportamento [28].

Este tipo de concreto pode ser entendido como uma derivação do concreto leve proveniente da argamassa (aglomerante e agregados finos), que recebe procedimentos físicos, químicos ou mesmo mecânicos, tendo o intuito de

introduzir um elevado teor de poros esféricos, regulares, milimétricos e uniformes na argamassa, dando origem a materiais com massa específica aparente seca de 0,400 a 1,850 g/cm³ [29]. Para a ASTM C796-04 [30], o concreto celular é tido como um produto leve, com estrutura homogênea, podendo sua pasta ser composta por cimento Portland, cimento pozolânico, cal pozolânica, cal e sílica ou misturas entre estes, que através da introdução de produtos químicos ou agentes espumígenos cria vazios na massa. Ainda embasado na norma internacional, a densidade é obtida conforme interesse do estudo, que deve substituir parte ou todo o agregado miúdo pelas células de ar.

Os dois principais métodos de obtenção deste concreto especial são: (i) através da incorporação de ar por meio do uso de produtos químicos (p.e., pó de alumínio, carbonato de cálcio e peróxido de hidrogênio) responsáveis pela formação do gás que produzirá a estrutura porosa, e (ii) com a incorporação de espuma pré-formada, onde um aditivo porogênico é agitado mecanicamente em alta rotação ou fazendo-se uso de um gerador de espuma, que resultará na formação de uma espuma com bolhas estáveis, homogêneas, incomunicáveis e de distribuição uniforme [28,31].

Silva *et al.* [32] avaliaram a influência do aditivo espumígeno na dosagem e nas propriedades do concreto celular aerado produzido com um aditivo químico incorporador de ar por ação mecânica, sendo utilizando um consumo de cimento de 400 kg/m³ e relação água/cimento (a/c) de 0,5. A dosagem foi avaliada em função da densidade e resistência do concreto celular confeccionado, onde obteve-se densidades aparentes no estado fresco variando de 1,49 a 1,96 g/cm³ e resistências à compressão de 3,25 a 17,25 MPa com 7 dias e 4,3 a 19,4 MPa com 28 dias.

Grenzel *et al.* [33] avaliaram o efeito de diferentes teores (0, 0,5, 1 e 2%-peso) de goma xantana (GX) como estabilizador da espuma em concretos celulares de diferentes densidades. Estes autores reportaram a otimização da espuma pré-formada gerada com a identificação da redução de drenagem com o aumento do teor deste aditivo espessante. Além disso, foi relatado que as amostras porosas produzidas com 2%-p de GX apresentaram densidade aparente próxima a 0,8 e 1,2 g/cm³ com absorção de água por imersão,

porosidade aparente, resistência a compressão (7 dias) e condutividade térmica de aproximadamente 70 e 35%, 55 e 40%, 0,5 e 4 MPa e 0,19 e 0,51 W/mK, respectivamente.

Wagh e Gandhi [34] também avaliaram o desempenho do uso da goma xantana (0 a 0,3%-peso) como estabilizador de espuma para produção de concretos espumados. A adição deste aditivo levou ao aumento da viscosidade do líquido da espuma e da sua densidade, resultando na redução da drenagem. Para as amostras de concreto poroso projetadas com densidade de 1 e 1,5 g/cm³ foram observados valores de resistência a compressão (28 dias) de 1 a 2,5 MPa e 5 a 6,5 MPa e condutividade térmica de aproximadamente 0,3 a 0,5 W/mK e 0,6 a 0,75 W/mK, sendo constatado pelos autores que a adição de GX resulta em um aumento substancial na resistência à compressão e a uma diminuição na condutividade térmica quando comparada as amostras de referência (sem GX).

Falliano et al. [35] pesquisaram formas de aumentar a resistência à compressão de concretos celulares ultraleves gerados com espuma pré-formada. A densidade do concreto celular estudado era do 0,40 ± 0,05 g/cm³, a relação a/c era de 0,3 e foram utilizadas três alternativas para aumentar a resistência à compressão das amostras, avaliadas por meio do rompimento aos 28 dias de espécimes cúbicos de lado de 5 cm. A primeira tratou-se de utilizar um agente potenciador de viscosidade (produto não relatado) do concreto celular e estes foram curados de diferentes formas. Neste caso, obteve-se resultados satisfatórios com resistências a compressão próximas a 1,0 MPa. No segundo experimento, foi adicionado sílica a mistura, sendo verificado resultados otimizados com valores de resistência à compressão variando entre 2,5 e 4,0 MPa. Na terceira metodologia, foi alterado a velocidade de rotação para a preparação da mistura (passando de 1200 rpm para 3000 rpm), resultando em resistências próximas a 2,0 MPa.

Por fim, Bhosale et al. [24] avaliaram as propriedades mecânicas e físicas da alvenaria celular de blocos de concreto celular leve adquiridos comercialmente. Dentre seus resultados, destacam-se a densidade aparente de 0,76 a 0,82 g/cm³, absorção de água de 28,9 a 18,8%, resistência à compressão de 4,01 a 4,14 MPa e módulo de elasticidade de 1,16 a 2,2 GPa.

2.2 Geopolímeros

2.2.1 Histórico e definição

Os marcos na química de aluminossilicatos (Tabela 2.1) podem ser divididos em três conjuntos que contribuíram para o desenvolvimento dos chamados geopolímeros. O primeiro conjunto se trata dos materiais álcali-ativados que iniciou em 1930 quando Kuehl propôs que algumas combinações entre álcalis e aluminossilicatos podiam produzir um ligante cimentício. Tal esforço resultou em uma patente voltada a uma proposta abrangendo a álcali-ativação de escória granulada de alto-forno em uma solução de hidróxido de potássio [36]. Purdon em 1940, desenvolveu um novo aglutinante de rápido endurecimento e posteriormente, em 1953 os cimentos Trief ou cimentos de escória ativados por álcalis foram comercializados nos Estados Unidos em larga escala [37]. Glukhovsky também fez avanços significativos desenvolvendo um novo ligante especial, chamado de “*soil cement*” (solo-cimento), o qual foi obtido através da moagem conjunta de aluminossilicatos e resíduos ricos em calcário [38].

Segundo Davidovits [37], o descobrimento e desenvolvimento dos materiais chamados de hidrossodalitas se deu por Niels Olsen, através da mistura entre a caulinita com soda cáustica a 150 °C e este material foi posteriormente reinventado em 1964 por Berg *et al.*, mas sem sucesso para uso industrial. Já em 1945, por meio do *National Bureau of Standards*, pesquisadores desenvolveram processos de extração de alumina provenientes de argilas e bauxitas com alto teor de sílica e uma das etapas desse processo envolvia a precipitação de um composto semelhante a sodalita, e quatro anos depois (1949) Borchert e Keidel produziram uma hidrossodalita a partir da caulinita e uma solução de NaOH a 100 °C. Na década de 60 (1963), Howell evitou a formação de uma hidrossodalita, utilizando o metacaulim ao invés de caulinita e obteve uma zeólita tipo A e em 1969 houve a sintetização de hidrossodalitas a partir de vários filossilicatos em uma solução concentrada de NaOH a 100 °C. Por fim, os estudos em zeólitas moleculares também foram desenvolvidos nos anos de 1940

e 1950, entretanto a produção de aglutinantes e polímeros minerais por meio da geoquímica ainda não tinha sido estudada [37].

Tabela 2.1 – Marcos na química de aluminossilicatos [37].

Anos	Zeólitas moleculares	Álcali-ativação (cinza)	Hidrossodalita (caulim)	Geopolímero
1930			1934: Olsen (Holanda)	
1940	1945: Barrer (Reino Unido)	1940: Purdon (Bélgica)	1945: National Bureau of Standards (Estados Unidos) 1949: Borchert, Keidel (Alemanha)	
1950	1953: Barrer, White (Reino Unido) 1956: Milton (Estados Unidos)	1953: Trief Cement (Estados Unidos) 1957: Glukovsky (Ucrânia) Concreto de Solo-silicato		
1960			1963: Howell (Estados Unidos) 1964: Berg <i>et al.</i> (USRR) 1969: Besson <i>et al.</i> (França)	
1970			1972: Davidovits (França) Siliface Process	1976: Davidovits (IUPAC terminology) 1979: Davidovits (França) Geopolímero

Joseph Davidovits desenvolveu nos anos de 1973 a 1976 painéis compostos por madeira e nanocompósitos geopoliméricos (*Siliface Process*) que tinham objetivo apresentar elevada resistência ao fogo, devido a alguns incêndios de grandes proporções ocorridos na década de 70 na França. Com isso, em 1979 o termo geopolímero foi proposto para designar o novo ligante. As boas propriedades, baixo teor de CO₂ incorporado e desempenho destes materiais impulsionou o emprego dos geopolímeros como uma alternativa ao cimento Portland comum (OPC) a partir da década de 80 [7,39,40].

Geopolímero pode ser entendido como um produto composto de duas partes: (i) um pó rico em aluminossilicatos, identificado como precursor, e (ii)

uma solução alcalina de elevado pH (solução ativadora), devendo esta ser aquosa para possibilitar a homogeneização durante a etapa de mistura [41].

É interessante destacar que o teor de água é um fator que pode afetar positivamente ou negativamente o desempenho da composição processada, uma vez que seu uso em proporção adequada auxilia as etapas de polimerização e endurecimento, pois aumenta o poder de ativação dos precursores. Porém, o uso em quantidades reduzidas pode prejudicar a homogeneidade da mistura, enquanto o excesso de líquido pode promover um crescimento excessivo dos cristais e reduzir a resistência mecânica das peças contendo este ligante [42].

Os materiais álcali-ativados e os polímeros inorgânicos (geopolímeros) possuem a semelhança de utilizarem uma solução ativadora em sua composição, entretanto, eles não são exatamente iguais. A escória granulada de alto-forno é o precursor mais comumente empregado na obtenção dos materiais álcali-ativados, pois esta possui um elevado teor de óxido de cálcio (CaO) que, ao entrar em contato com as soluções alcalinas, induz a formação de produtos hidratados semelhantes ao silicato de cálcio hidratado (CSH). Por sua vez, os polímeros inorgânicos são baseados em precursores contendo altos teores de sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃), os quais quando misturados com uma solução ativadora com alta concentração de íons de potássio (K⁺) ou sódio (Na⁺), iniciarão reações que darão origem ao processo de policondensação das espécies presentes. Como resultado destas transformações será obtido um material com estrutura amorfa ou semicristalina de natureza polimérica, de elevada resistência mecânica e constituída por elementos químicos inorgânicos [43].

Davidovits [44] destacou ainda que os elementos Na e K (presentes nas soluções ativadoras) ficam fora da estrutura de um álcali-ativado e, caso eles sejam mantidos dessa forma, há o perigo destes álcalis migrarem para a superfície das peças produzidas quando em contato com a água, através do processo de lixiviação. Conseqüentemente, isto afetará as propriedades físico-químicas e mecânicas destes materiais, refletindo na redução de sua durabilidade. Por outro lado, a correta geopolimerização gera um material de estrutura estável e os íons alcalinos contribuem para o balanceamento das

cargas elétricas presentes. Assim, um material álcali-ativado apresenta apenas a primeira parte da geopolimerização que é o processo de ativação alcalina, enquanto a geopolimerização em si ainda prossegue com mais transformações até ser finalizada.

Vale ressaltar que os polímeros inorgânicos possuem alguns problemas relacionados ao custo dos ativadores alcalinos, questões de sustentabilidade e, também, a tendência à carbonatação (eflorescência) dependendo das relações químicas empregadas [45]. Outro ponto importante é o desafio da comercialização dos geopolímeros que, além da falta de uma padronização, está atrelada a necessidade de manipulação e transporte das soluções alcalinas que são altamente corrosivas, dificultando o armazenamento, produção a granel e, conseqüentemente, aplicação em larga escala [46,47]. Uma alternativa aos tradicionais geopolímeros de duas partes (processados a partir da combinação de um precursor + solução ativadora) são os de uma parte (monocomponente), onde se efetua a síntese de um precursor contendo um elevado teor de álcalis, o que possibilita a posterior ativação deste com a adição de água, sendo o processamento destes materiais semelhante aquele empregado na preparação de composições contendo o cimento tradicional [46,48].

Provis [11] afirmou que o método de produção de uma parte será o mais utilizado futuramente no que tange a produção industrial e comercialização de geopolímeros ensacado. Entretanto, o tradicional método de síntese de duas partes ainda é o mais empregado na maioria dos produtos disponíveis atualmente.

2.2.2 Matérias-primas e constituintes

Conforme mencionado anteriormente, os precursores utilizados na preparação dos geopolímeros devem conter um alto teor de alumina e sílica. Segundo Weerdt [49], estes materiais podem ser subprodutos industriais, pós naturais de aluminossilicatos reativos ou aluminossilicatos ativados, sendo que os mais amplamente utilizados são a cinza volante, por questões ambientais e econômicas, e o metacaulim, por ser puro e altamente reativo [50].

O metacaulim é obtido através da calcinação do caulim ($\cong 750^{\circ}\text{C}$ por 24h) e esse tratamento térmico tem o intuito de promover a desidroxilação da caulinita (Eq. 2.1) para gerar um material mais reativo e propício a ativação alcalina [51,52]. A Figura 2.2 mostra o diagrama ternário dos materiais cimentícios, onde pode-se observar que o metacaulim é um material rico em SiO_2 e Al_2O_3 .

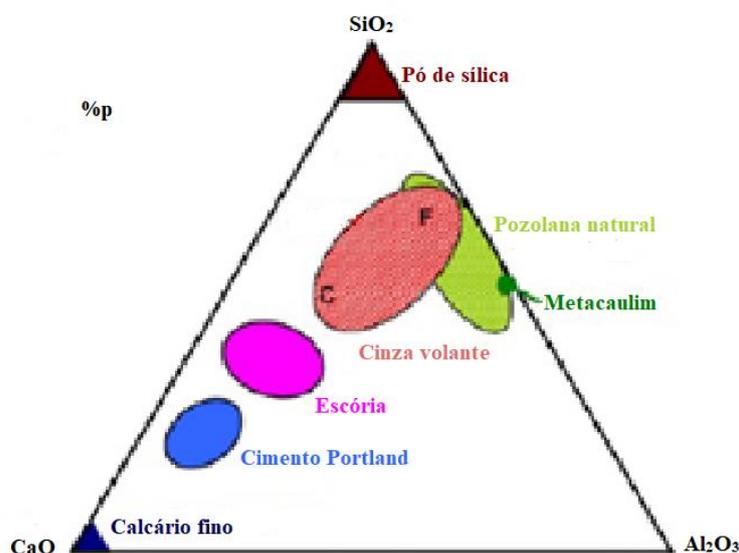
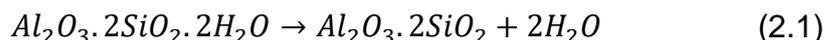


Figura 2.2 - Diagrama ternário dos materiais cimentícios [53].

Este precursor pode apresentar diferentes características físicas e químicas (p.e., grau de finura, teor dos óxidos e substâncias orgânicas), as quais variam muito de acordo com a composição química e mineralógica da matéria-prima. Dessa forma, a caracterização do material utilizado é de extrema importância para determinação da quantidade de sílica e alumina presentes e que vão influenciar na dosagem do geopolímero [49].

Em se tratando das soluções ativadoras alcalinas, as mais comumente utilizadas são constituídas por hidróxidos e silicatos de sódio ou potássio [54], sendo que elas têm a função de dissolver os precursores, cadenciar a liberação da sílica e da alumina, e, ainda, as hidroxilas funcionam como sítios nucleofílicos que iniciam a reação de polimerização e estabilizam os íons de silício e alumínio

para que eles se reorganizem e promovam a formação de cadeias tridimensionais.

Ressalta-se que na literatura encontramos o termo ativador simples ou composto e essa denominação compreende utilizar um hidróxido de sódio/potássio sozinho ou fazer uso destes em conjunto com silicato de sódio/potássio [52]. O uso de ativadores compostos é apontado como mais vantajoso por ser mais reativo e, até mesmo, mais rápido na indução das reações. Isto se justifica pelo fato de que os compostos presentes podem desempenhar duas funções: (i) como um ativador simples, dissolvendo o precursor e, (ii) facilitador na formação de espécies reativas promovendo a reorganização da estrutura e formando uma estrutura geopolimérica mais homogênea e bem formada [55].

Outro importante fator é a concentração de ativador utilizada, uma vez que o excesso deste pode promover uma patologia conhecida como eflorescência, que é a formação de carbonato de sódio quando o geopolímero é exposto ao ar. Dessa forma, alguns autores sugerem o uso de soluções com concentração de hidróxido de sódio (NaOH) variando de 5 a 16 mol/L ou ainda ajustar as razões $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ e $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ de acordo com a fração reativa (amorfa) dos precursores [56].

2.2.3 Mecanismos de geopolimerização

O mecanismo de obtenção dos geopolímeros é conhecido como policondensação ou geopolimerização. Esse processo vem sendo estudado continuamente, mas existem alguns modelos bem aceitos, como o proposto por Glukhosvky em 1959. Este modelo descreve as transformações a partir de três estágios: (a) destruição-coagulação; (b) coagulação-condensação; (c) condensação-cristalização [57]. Posteriormente, Duxson *et al.* [58] propuseram novas explicações com um maior detalhamento das reações indicadas no modelo de Glukhosvky. A Figura 2.3a ilustra estas transformações, onde M^+ representa o cátion presente, podendo este ser Na^+ ou K^+ .

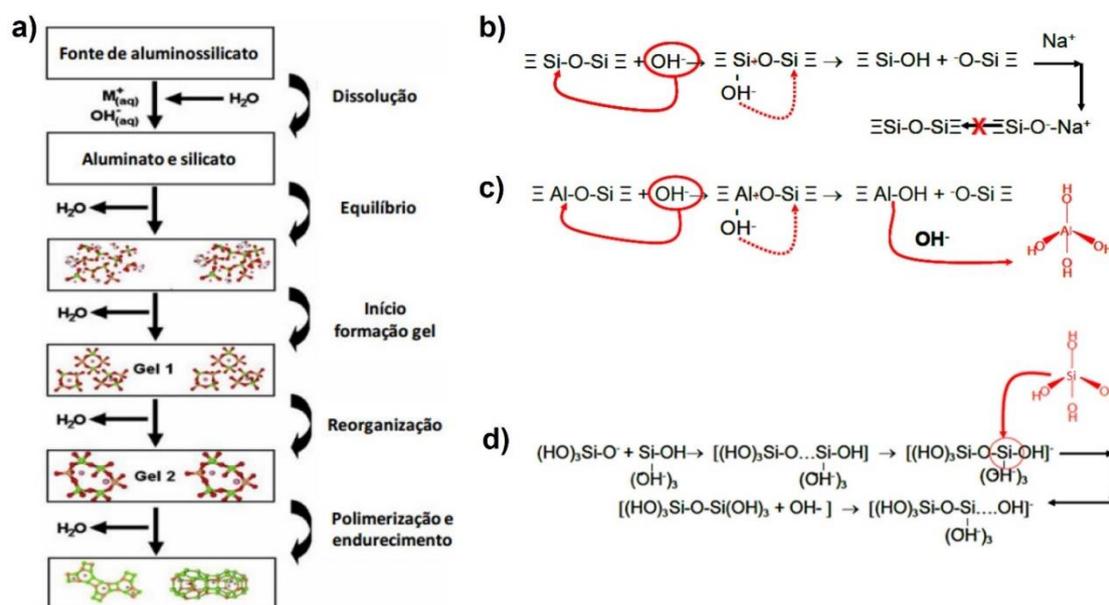


Figura 2.3 - Modelo conceitual para geopolimerização [57,58].

Palomo *et al.* [57] também propuseram que na primeira etapa deste mecanismo, entendida como dissolução-coagulação, a fonte de aluminossilicato/precursor é dissolvida por hidrólise alcalina, dando origem a espécies de aluminato e silicato, muito provavelmente na forma monomérica. Em outras palavras, ocorre a destruição das ligações do tipo siloxano (Si-O-Si) devido a interação do precursor com as hidroxilas (OH^-) provenientes do ativador, e essa quebra favorece a formação das espécies silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) e sialato ($-\text{Si-O}^-$), sendo que os cátions de Na^+ ou K^+ presentes atuarão na neutralização das cargas negativas. Esta neutralização ocasiona a formação de ligações de $\text{Si-O-Na}^+/\text{K}^+$ que impedem o retorno da geração do siloxano (Figura 2.3b). As hidroxilas contidas no meio também alteram as ligações de Si-O-Al e originam espécies complexas com o alumínio, como o $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (Figura 2.3c).

O elevado pH das soluções alcalinas promove a rápida dissolução dos aluminossilicatos amorfos, gerando uma solução supersaturada que, conseqüentemente, resultará na formação do gel. Isto ocorre pois os oligômeros (monômeros, dímeros ou trímeros de poli(siloxonato), poli(metilsiloxano), poli(sialato), dentre outros) tendem a formar longas redes através da condensação [58]. A reorganização ocorre após a formação do gel devido ao aumento de conectividade das espécies, que vai aumentando e origina uma rede

tridimensional de aluminossilicatos. Dessa forma, a segunda etapa do mecanismo é a coagulação-condensação (Figura 2.3d), onde a policondensação se inicia através da reação entre monômeros de sílica que reagem uns com os outros, formando dímeros, que reagem com novos monômeros formando os polímeros. Todo esse processo é incentivado pela presença dos íons OH^- no meio reacional [57].

Por fim, a terceira etapa consistirá na condensação-cristalização, havendo a precipitação dos produtos da reação. A composição final do geopolímero dependerá da mineralogia e composição química das matérias-primas e condições de cura empregadas [57]. A solidificação do gel geopolimérico está relacionada, também, com a evaporação da água e o endurecimento ocorre quando o gel encontra-se totalmente condensado, apresentando porosidade distribuída e uniforme [41,58].

Diferentemente do OPC que promove o endurecimento das composições através da formação de $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (CSH) quando em contato com a água, a geopolimerização da sílica e alumina é responsável por promover o ganho de resistência mecânica dos materiais geopoliméricos [59]. Dessa forma, para que seja possível prever as propriedades de um polímero inorgânico se faz necessário a caracterização da fonte precursora e ativadora para que seja constatada a sua reatividade, uma vez que esta é influenciada pela quantidade de silicatos e aluminatos presentes e reativos [49].

A partir dos resultados provenientes da caracterização das matérias primas escolhidas para a produção do geopolímero, é possível estabelecer as relações molares mais adequadas a serem utilizadas. Reddy, Dinakar, e Hanumantha [60] reportaram que os teores ideais de óxidos contidos nos precursores seriam de 45-55% de SiO_2 , 22-28% de Al_2O_3 e 15-20% de CaO , podendo ainda ser encontrado pequenas quantidades de óxido de ferro III (Fe_2O_3). Davidovits e Sawyer [61] e Khale e Chaudary [62] sugeriram as proporções indicadas na Tabela 2.2 como sendo as mais adequadas entre os precursores e ativadores para a produção dos geopolímeros.

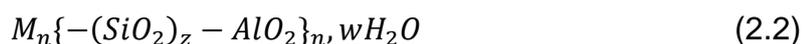
Tabela 2.2 – Razões molares otimizadas dos óxidos para a produção de geopolímeros [61,62].

SiO₂/Al₂O₃	3,30 – 4,50
M₂O/SiO₂	0,20 – 0,48
H₂O/ M₂O	10,0 – 25,0
M₂O/ Al₂O₃	0,80 – 1,60

sendo M = Na ou K

Além da composição química em si, outros fatores (p.e., a configuração da solução ativadora, teor amorfo do precursor e as condições de síntese e processamento dos materiais) também influenciam nas características finais dos polímeros inorgânicos [9]. Neste contexto, Bezerra, Morelli e Luz [12] avaliaram geopolímeros à base de metacaulim obtidos com diferentes soluções ativadoras contendo NaOH (12M) simples ou NaOH combinado com diferentes fontes de sílica reativa (silicato de sódio, sílica ativa e sílica coloidal). A solução ativadora foi formulada com parâmetros fixos de SiO₂/Na₂O = 1,40 e H₂O/Na₂O = 15, a razão mássica de solução ativadora para precursor era de 70% e as amostras foram curadas a 40 °C por 24 horas. Observou-se neste estudo que a solução alcalina formulada com hidróxido de sódio e sílica coloidal resultou em um meio líquido de alta reatividade, o que favoreceu a obtenção de geopolímeros com melhores propriedades mecânicas e térmicas.

Davidovits [7] sugeriu um termo poli(sialato) para a designação química de geopolímeros à base de sílico-aluminatos, sendo que a abreviação sialato refere-se ao silício-oxo-aluminoso (Si-O-Al). A fórmula empírica dos poli(sialatos) é:



onde o cátion é representado pela letra *M* (potássio, sódio ou sílica), *n* é o grau da policondensação e *z* corresponde a relação sílica:alumina (Si:Al) na unidade básica do poli(sialato), a qual pode ser igual a 1, 2, 3 ou superior. A Figura 2.4 ilustra esta classificação proposta por Davidovits.

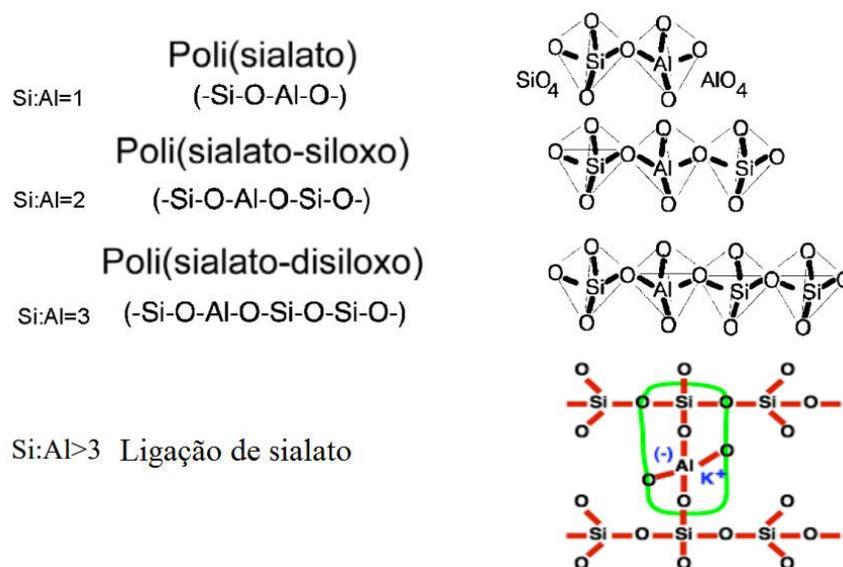


Figura 2.4 - Classificação dos diferentes tipos de geopolímeros [63].

2.2.4 Aplicações dos geopolímeros

Os geopolímeros podem ser aplicados em diversos setores. Entretanto, para que se atinja uma produção em larga escala e que estes se tornem um substituto do OPC em determinadas aplicações, é necessário que as propriedades destes materiais sejam amplamente avaliadas para que se preencham as lacunas de conhecimento da produção destes ligantes e, assim, o torne cada vez mais atrativo para o mercado [64].

A Tabela 2.3 apresenta algumas das características dos geopolímeros em comparação com o OPC e vê-se que a principal desvantagem seria o alto custo. Há um entendimento de que o desenvolvimento de geopolímeros abrange composições de baixo custo e sofisticadas. Dentre as opções de baixo custo, temos aquelas baseadas em fontes de aluminossilicatos que apresentam uma razão de Si/Al entre 1 e 3, como por exemplo as contendo cinzas volantes (resíduo). Já os geopolímeros mais sofisticados podem apresentar uma razão de Si/Al de até 35, incluindo até mesmo a incorporação de fibras [65].

A Fig. 2.5 mostra algumas das possibilidades de aplicação dos geopolímeros, onde destaca-se o uso deles como materiais de proteção ao fogo, compostos com fibra resistentes a alta temperatura, tijolos, cerâmicas,

encapsulamento de resíduos tóxicos e radioativos, ferramentas para aeronáutica, etc. [63]. Além destas, ainda há relatos da utilização destes materiais em concretos simples e armado, argamassas, rejuntas, rebocos, espumas e concretos com baixa densidade [11].

Tabela 2.3 – Comparativo entre as propriedades dos geopolímeros e do cimento Portland comum (OPC) [66].

Propriedade	Autor	Geopolímero	OPC
Custo	[67]	Maior	Menor
Encapsulador de resíduos tóxicos	[11]	Sim	Não
Resistência à temperaturas elevadas	[7]	Elevada	Baixa
Resistência aos ácidos	[58,68]	Elevada	Baixa
Alta resistência inicial	[69]	24 h	Mín. de 7 dias CP V

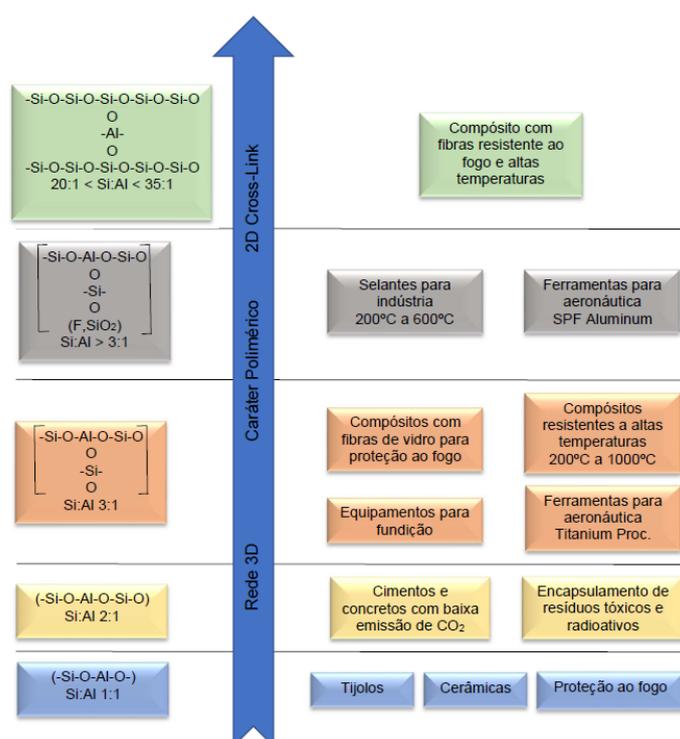


Figura 2.5 – Tipos de geopolímeros envolvidos em aplicações bem-sucedidas [63].

Uma adaptação do cimento geopolimérico para a produção de concreto pré-moldado e protendido foi reportada (Figura 2.6a), tendo como benefício a alta resistência inicial e rápido enrijecimento deste material (após 4 horas) [63]. Os Estados Unidos e o Japão têm desenvolvido vigas de concreto com camadas de composto de carbono geopolímero aplicadas em sua superfície inferior (Figura 2.6b), para serem utilizadas em novas construções, como reforço para pontes danificadas e edifícios propensos a ação de terremotos e furacões. Além disso, um geopolímero foi utilizado pela empresa E-Crete na Austrália para confecção de laje de um piso residencial (Figura 2.6c) e painéis externos pré-fabricados (Figura 2.6d) [70]. Ainda há relatos da aplicação de geopolímeros como moldes para o desenvolvimento de um avião, chamado de Rafale, feito pela companhia aeronáutica francesa Dassault Aviation (Figura 2.6e) [63].

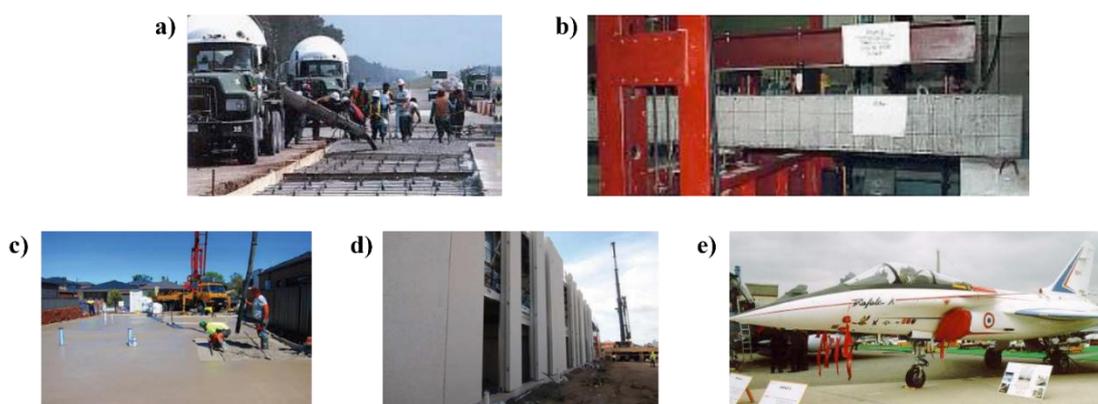


Figura 2.6 – Uso de geopolímero como: (a) material de reparo de pavimentos; (b) vigas de concreto com camadas de composto de carbono geopolímero; (c) piso residencial; (d) painéis externos pré-fabricados; (e) e avião desenvolvido a partir de moldes geopoliméricos [63,70].

Alguns exemplos de empresas que produzem e testam geopolímeros para aplicação em escala industrial são a *PYRAMENT cements* localizada nos Estados Unidos, a *TROLIT binders* da Alemanha e a *GEOPOLYMITE binders* da França [7]. De acordo com uma previsão de mercado para estes produtos (considerando os anos de 2023 a 2028), acredita-se que o mercado de geopolímeros atinja US\$ 14,1 bilhões até 2027 e, atualmente, as principais empresas que fazem lançamentos de produtos, aquisições e atividades de P&D

nesta área são: *CEMEX, Wagners, Geopolymer Solutions LLC, Schlumberger Limited, Milliken Company Inc, ClockSpring, Banah UK Ltd, Imerys Group, Corning Inc. e Ceskych Lupkovych Zavodech A* [71].

Portanto, há uma ampla gama de possíveis aplicações para estes materiais e sua versatilidade e desempenho dependem da adequada dosagem das matérias-primas e escolhas adequadas de condições de processamento.

2.3 Geopolímeros Porosos

2.3.1 Conceito e normas aplicadas

Assim como o concreto tradicional, os geopolímeros também possuem versões leves ou porosas. Cabe salientar que o termo “concreto” na construção civil remete a um conjunto de materiais composto por um aglutinante, agregado miúdo e agregado graúdo. O concreto celular (leve) é um material que possui apenas os componentes de uma argamassa, ou seja, ligante e agregado miúdo, sendo que para que este se torne poroso, faz-se necessário o uso de diferentes técnicas de formação de poros [72]. Assim, o termo concreto é utilizado mais com um véis comercial.

Pensando na construção civil, as principais vantagens que justificam o uso de composições leves são o isolamento térmico e acústico, redução de carga estrutural, dentre outros. Entretanto, o aumento do teor de vazios traz como principal desvantagem a baixa resistência mecânica destes materiais. Neste contexto, o emprego de geopolímeros é vantajoso em substituição aos cimentos, pois, se bem formulados, eles podem combinar baixa densidade e otimizada resistência mecânica (em curta idade) para algumas aplicações [73].

Um geopolímero poroso possui algumas denominações independentemente da sua maneira de produção. As nomenclaturas mais comumente encontradas na literatura são: concreto de espuma geopolimérica; geopolímero espumado, celular ou poroso; e espuma de geopolímero. Tais materiais tem em comum a baixa densidade, poros macroscópicos ou com uma porosidade total superior a 70% do próprio volume [15,72].

De acordo com alguns artigos de revisão [15,74], o interesse pelo desenvolvimento de materiais geopoliméricos porosos vem aumentando progressivamente nos últimos anos (Figura 2.7). Porém, independente da sua forma de obtenção, tais materiais não possuem uma norma que os especifique e que fixe condições de ensaio, padrões de obtenção, etc. Nota-se que as pesquisas realizadas até o momento se baseiam nas normas mais semelhantes e disponíveis no momento, como, por exemplo, aquelas redigidas para materiais cimentícios à base de cimento Portland ou normas relacionadas a aplicação que se almeja para o geopolímero em estudo.

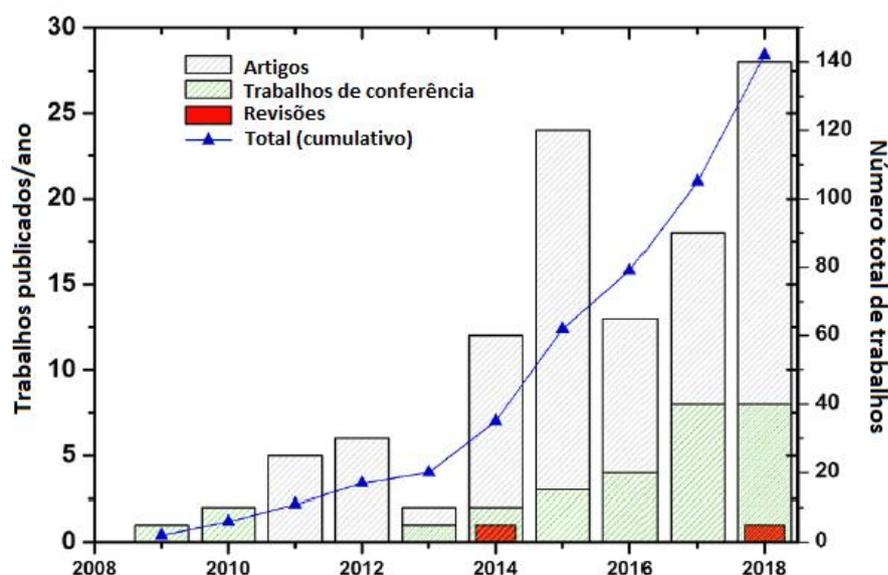


Figura 2.7 – Número de publicações de 2008 a 2018 sobre geopolímeros porosos [74].

Ainda neste ponto, salienta-se que não há uma norma disponível que especifique o que é um geopolímero poroso ou leve. De acordo com a Norma Brasileira (NBR) 12655 [75], da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), como já mencionado, um concreto leve é um material que apresenta massa específica abaixo de 2 g/cm^3 . Entretanto, como os geopolímeros porosos não contém agregados graúdos em sua composição, facilmente as argamassas geopoliméricas podem apresentar valores menores que o especificado para esta

propriedade. Assim, alguns autores sugerem outras formas de classificação, onde geopolímeros com densidades inferiores a $0,80 \text{ g/cm}^3$ são chamados de ultraleves e o termo “espumas geopoliméricas” é atribuído para aqueles com porosidade total superior a 70%vol [15].

Os estudos dos geopolímeros são novos se comparados aos de OPC e a linha de pesquisa de geopolímeros porosos é ainda mais recente. As tendências e desafios identificados na leitura dos trabalhos publicados até o momento podem ser resumidas conforme mostrado na Figura 2.8 [72].

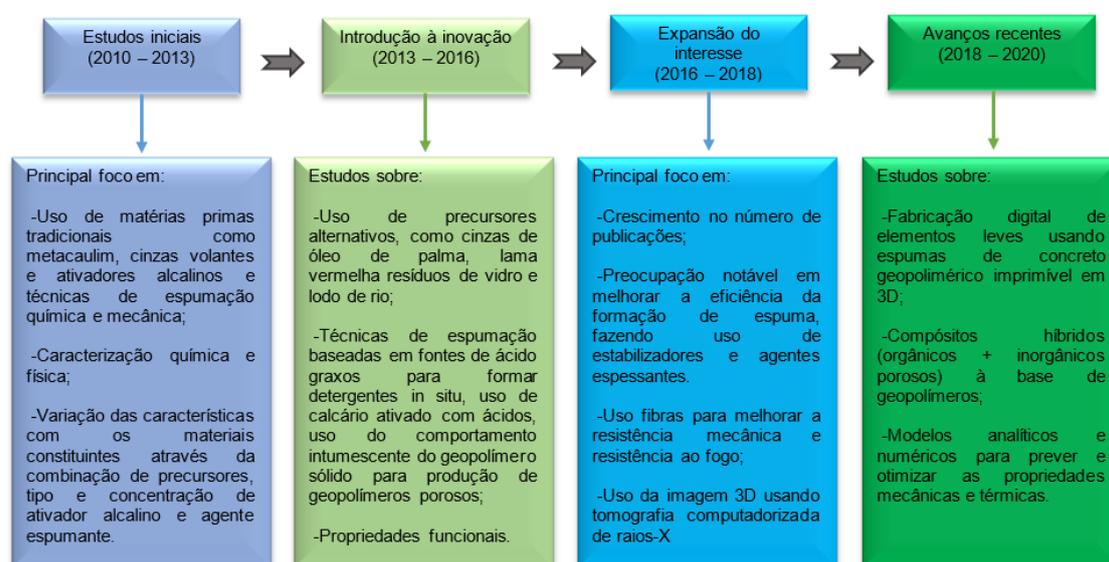


Figura 2.8 – Evolução do escopo da pesquisa e tendências verificadas no estudo de geopolímeros porosos [72].

2.3.2 Métodos de processamento e obtenção

As diversas formas de se obter geopolímeros porosos são muito bem retratadas por Bai e Colombo [15]. Segundo os autores, as quatro técnicas mais utilizadas para a fabricação de cerâmicas macroporosas são: réplica; sacrifício de modelo; manufatura aditiva e espumação direta (Figura 2.9).

O método da réplica é o mais utilizado para a obtenção de espumas cerâmicas, devido ao seu baixo custo e a facilidade de se produzir componentes com uma ampla variedade de tamanhos de poros. Porém, existem poucos relatos sobre o uso desta técnica na fabricação de geopolímeros porosos [76–

78]. Tal procedimento emprega um molde sintético ou natural que é impregnado/infiltrado com uma suspensão cerâmica, sendo posteriormente realizada a secagem e sinterização da peça para a remoção do molde e obtenção da cerâmica propriamente dita (Figura 2.9a). Kovářík *et al.* [78] reportaram a utilização deste método de processamento para a produção de uma espuma geopolimérica baseada em uma solução alcalina de silicato de potássio e uma mistura em pó de caulim calcinado e sílica, a qual reproduziu as características de um molde de poliuretano contendo 10 poros por polegada.

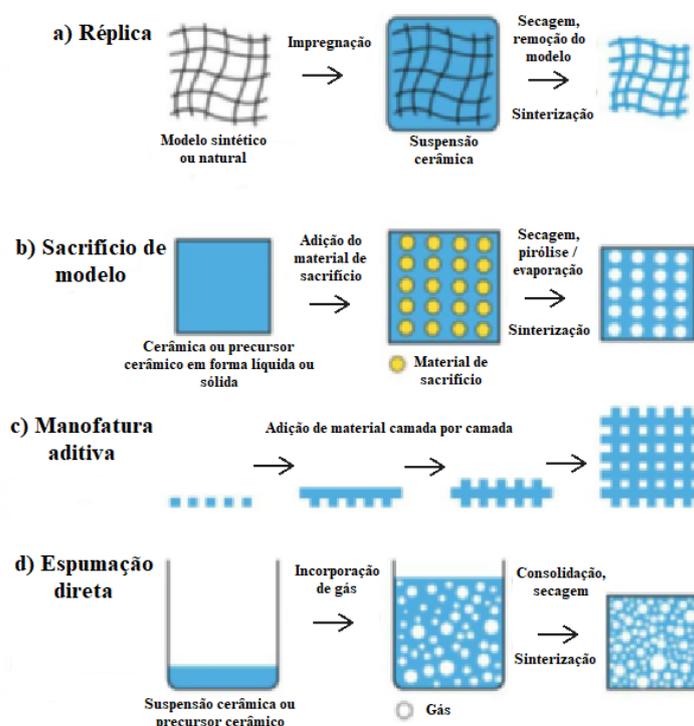


Figura 2.9 – Rotas de produção de cerâmicas macroporosas a partir dos métodos (a) da réplica, (b) de sacrifício de modelo, (c) de manufatura aditiva e (d) de espumação direta [79,80].

O método de enchimento sacrificial ou sacrifício de modelo (Figura 2.9b) produz materiais porosos com uma estrutura que é a réplica negativa do molde original. Nesse caso, os poros são obtidos pela remoção de uma fase sacrificial dispersa na matriz cerâmica e esse processo pode ocorrer por dissolução, fusão ou decomposição térmica do material empregado. Papa *et al.* [81] efetuou a produção de geopolímeros porosos através do emprego da técnica de freeze-

casting com a remoção do gelo para a obtenção dos vazios na microestrutura da peça cerâmica.

A manufatura aditiva ou impressão 3D (Figura 2.9c) também é amplamente utilizada na fabricação de materiais porosos, pois ela possibilita produzir peças com elevada complexibilidade e precisão de dimensão e forma. A partir do emprego da técnica *Direct Ink Writing*, geopolímeros porosos (baseados em metacaulim, solução de silicato de sódio solúvel, hidróxido de sódio e água destilada) foram produzidos, sendo obtido peças com cerca de 50 a 71 %-vol de vazios em sua microestrutura [82].

Por fim, o método de espumação direta (Figura 2.9d) consiste na produção de ar ou gás na matriz cerâmica a partir da atuação de agentes químicos, físicos ou agentes de expansão mecânica. O ar ou gás inserido precisa ser mantido na massa processada para que, após cura térmica, os corpos porosos sejam consolidados [15].

Os agentes expansivos utilizados podem ser do tipo químico, os quais dão origem a produtos gasosos, como o oxigênio (O_2), hidrogênio (H_2) e outros subprodutos. Tais gases são gerados em função da decomposição térmica ou reações químicas destes agentes, e a liberação destes componentes na mistura fresca induz a formação de uma microestrutura porosa. Os principais agentes aerantes utilizados em composições cerâmicas são: o pó de alumínio, carbonato de cálcio, metais contendo zinco, silício e peróxido de hidrogênio [15,31,72]. Por outro lado, os agentes de expansão do tipo físico levam a geração de poros em função de mudanças de fases [15].

Vale mencionar que quando empregado o método de espumação química na produção de geopolímeros, os processos de geração de gás e geopolimerização ocorrerão concomitantemente. Portanto, a estrutura final e as propriedades do geopolímero poroso poderão ser afetadas. Por exemplo, estudos comprovaram que o uso de sílica ativa ou carbeto de silício como agente espumante influenciou o tempo de pega e a resistência mecânica das amostras produzidas devido a presença de uma fração de sílica amorfa contida no agente espumante [72,83,84].

Outra forma de obtenção de geopolímeros leves consiste na incorporação de espumas pré-formadas ou um concentrado de espuma nas pastas preparadas, a partir do uso de surfactantes e um procedimento de mistura em alta velocidade. Este método de espumação direta faz referência aquele utilizado pela indústria de concreto celular espumoso, onde este material compreende um concreto do tipo leve que é obtido através da incorporação de bolhas de ar ou gás na matriz cimentícia. Ainda, estas bolhas devem ser homogêneas, incomunicáveis e estáveis durante o processo de mistura, adensamento e cura [85,86].

O processo de produção da espuma pré-formada pode se basear no emprego de geradores de espuma industriais ou caseiros, ou pode ser feito uma mistura de alto cisalhamento de uma solução até a formação da espuma. No primeiro caso (espuma pré-formada obtida com geradores), como o nome já sugere, a espuma é preparada separadamente fazendo uso de um agente espumígeno diluído em água e essa solução entra em um sistema que utiliza alta pressão de ar/ar comprimido para provocar a descontinuidade/pulverização do líquido sobre uma malha fina [86–89]. Esta é uma forma prática para produção de espumas que permite um controle de obtenção da densidade, a qual é relacionada a quantidade de líquido contida na espuma gerada.

Para alguns autores [85,90,91], a produção da espuma pré-formada por agitação mecânica ou injeção de ar comprimido é preferível em comparação com o método de espumação química. Tal fato se deve ao controle mais eficiente das propriedades resultantes e produção de bolhas mais estáveis e pequenas, com cerca de 0,1 – 1,0 mm (contra 0,5 – 3,0 mm da espumação química) [91]. A Figura 2.10 mostra a concepção geral da rota de obtenção de geopolímeros porosos através do método de espumação direta.



Figura 2.10 – Esquema típico da produção de geopolímeros porosos pela rota de espumação direta [15].

2.3.3 Desafios associados à incorporação de espuma pré-formada em geopolímeros

2.3.3.1 Características das espumas

As espumas são basicamente um conjunto de bolhas de ar/gás separadas por filmes líquidos, sendo que a auto-organização estrutural deste componente pode ocorrer de diferentes formas a depender do tamanho das bolhas e da fração líquida presente. Quando em equilíbrio, a espuma tem sua estrutura ordenada de forma a favorecer a minimização da energia de superfície [92].

Ao observar estes materiais partindo da escala nanométrica, verificamos que os agentes estabilizadores, utilizados para maximizar o tempo de vida das espumas, encontram-se normalmente adsorvidos nas interfaces líquido-gás, como indicado na Fig. 2.11. Separando duas interfaces vizinhas existem filmes finos ou lamelas que, conseqüentemente, separam as bolhas individualmente. Em se tratando das bolhas em si, seus diâmetros podem variar de micrômetros a centímetros e, além disso, podemos encontrar as bordas de Plateau, que são formadas através da união dos filmes finos e correspondem ao principal esqueleto líquido dos canais interconectados (Figura 2.11). Em escalas

macroscópicas observamos a espuma propriamente dita e esta terá suas propriedades ditadas por todos os aspectos mencionados anteriormente [93]. Ressalta-se que, em uma espuma seca (maior teor de gás), as bolhas tendem a se deformar, deixando de ter formato esférico e assumindo uma forma poliédrica com vértices de 120° .

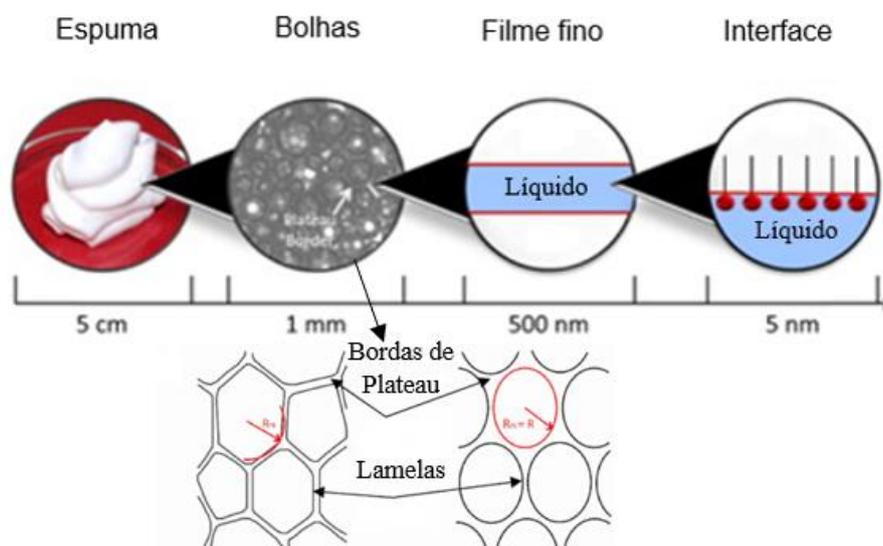


Figura 2.11 – Estrutura da espuma em diferentes escalas e destaque a espuma poliédrica e esférica [72,93].

2.3.3.2 Mecanismos de desestabilização

Segundo Fameau e Salonen [93], o controle das propriedades físico-químicas de soluções espumantes, bem como a compreensão dos processos que levam a estabilização e desestabilização das bolhas, definem o processo de produção das espumas.

A formação de espumas consiste em um processo termodinamicamente instável, visto que as bolhas tendem a desaparecer com o tempo devido a ação de três tipos de mecanismos: drenagem, coalescência e engrossamento (Figura 2.12) [15,93,94]. A drenagem se trata da separação entre o líquido e o gás contidos neste material, levando ao acúmulo do líquido no fundo do recipiente. Este efeito é induzido pelo fluxo da parte fluida para fora da espuma por meio dos canais de líquido devido a diferença de densidade e, conseqüentemente, pela ação da gravidade. O resultado deste processo é uma espuma mais seca

devido a diminuição da fração líquida [95]. A coalescência refere-se à fusão de duas ou mais bolhas devido à instabilidade do filme que as envolve. Esse mecanismo leva ao colapso e desaparecimento da espuma, sendo este efeito observado mais fortemente no topo da espuma [94]. Já o engrossamento, também conhecido como amadurecimento contínuo de Ostwald, abrange a difusão de gás entre bolhas de diâmetros diferentes, onde o gás das bolhas menores é transferido para as maiores devido as bolhas menores terem uma pressão interna maior dada sua curvatura (pressão de Laplace), ocasionando o desaparecimento destas últimas. Esse processo ocorre devido a diferenças de pressão de Laplace [94,95]. Vale ressaltar que estes três fenômenos são interdependentes e podem acelerar uns aos outros.

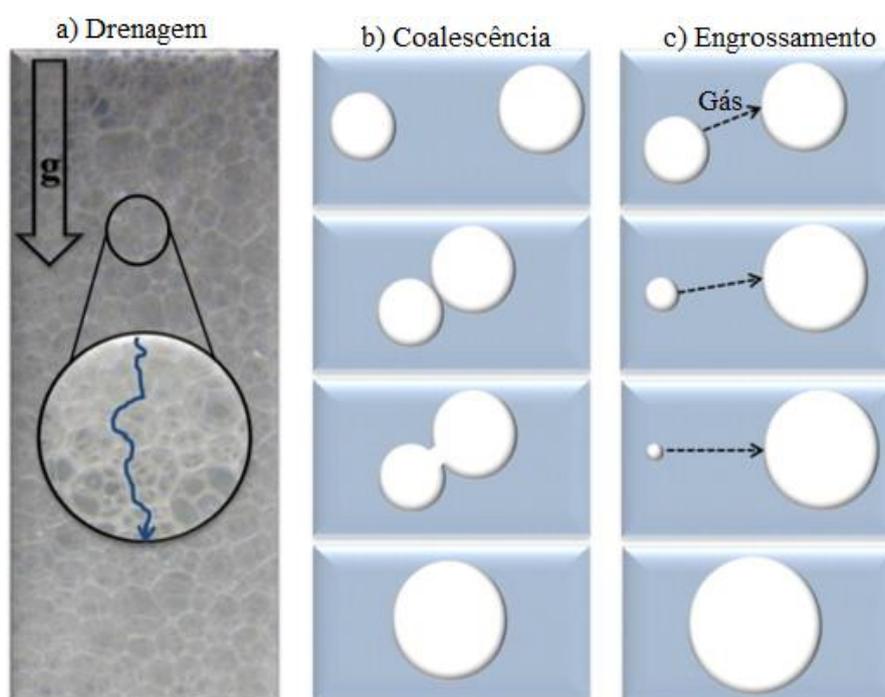


Figura 2.12 – Principais mecanismos de desestabilização da espuma [93].

Portanto, o controle destas transformações é vital para otimizar as características (tamanhos e incomunicabilidade dos poros, dentre outras) e o tempo de vida das espumas. Neste sentido, vários esforços vem sendo efetuados para compreender a atuação de aditivos para promover a estabilização de espumas químicas e pré-formadas [72]. Alguns trabalhos

reportaram que, em geral, espumas mecânicas pré-fabricadas e contendo aditivos industriais apresentam elevada estabilidade, mas quando estas são adicionadas a composições de concreto, seu tempo de vida fica comprometido devido as condições usadas no processo de mistura destes materiais. Além disso, dependendo do tempo de pega do concreto, o tamanho e distribuição dos poros dentro da matriz cimentícia pode variar [46,91].

A estabilidade de espumas pré-formadas na presença de agentes espessantes, como a goma xantana, também pode ser modificada. Hajimohammadi, Ngo e Mendis [19] investigaram a produção de uma espuma pré-fabricada baseada em uma solução de dodecil sulfato de sódio e contendo 0,0, 0,18, 0,25 e 0,45%-peso de GX. Estes autores identificaram que a composição de referência (sem GX) drenou 94% de sua massa em um intervalo de 20 min, enquanto a adição de 0,45%-p deste espessante ao meio inibiu a drenagem do líquido. Desta forma, o aditivo GX desempenhou um papel fundamental no espessamento e agregação do filme líquido na lamela, de forma que a viscosidade foi aumentada e a coluna do líquido foi mantida entre as bolhas, evitando a drenagem [19].

2.3.3.3 Parâmetros importantes para a adequada incorporação das espumas às composições geopoliméricas

É notório que a introdução de poros na microestrutura dos materiais cerâmicos resulta no decréscimo de sua resistência mecânica. Desta forma, a incorporação de vazios na microestrutura dos geopolímeros, a partir do uso de espumas, precisa ser feita com critério e cuidado para garantir o bom desempenho destes materiais. Nguyen *et al.* [96] afirmaram que o colapso sob compressão dos geopolímeros porosos ocorre devido à baixa densidade destes materiais que, por sua vez, é consequência do aumento de volume de vazios e redução das ligações na microestrutura, tornado estas cerâmicas mais fracas mecanicamente.

Entretanto, outros parâmetros também afetam a estrutura dos poros e as propriedades dos geopolímeros, tais como a composição química dos

componentes utilizados, procedimento de mistura empregado, viscosidade da pasta, condições de cura, tempo de enrijecimento, etc. [15,97,98].

Por exemplo, a composição química da solução alcalina utilizada para induzir a geopolimerização pode influenciar a estabilidade das espumas aplicadas na produção das composições porosas [16]. A velocidade de mistura, o tempo de incorporação e a densidade da espuma também são parâmetros normalmente mencionados em vários estudos, visto que uma rotação elevada e um tempo excessivo de mistura podem levar ao maior colapso de bolhas. A densidade de espuma permite estimar se uma espuma é mais seca ou mais úmida, apesar de não haver explicitamente uma faixa de valores ideais [16,46,99].

Por sua vez, a reologia da pasta ou mesmo argamassa geopolimérica afeta diretamente a distribuição de poros final contida nestes materiais, pois uma viscosidade muito elevada pode levar ao colapso das bolhas de uma espuma pré-formada durante a etapa de mistura, enquanto uma viscosidade muito baixa pode não reter as bolhas que tendem a se deslocar rapidamente para a superfície. Ainda, a suspensão geopolimérica deve apresentar um adequado tempo de enrijecimento e incremento de viscosidade/tensão de escoamento para uma melhor eficiência de incorporação e distribuição dos poros na matriz [16,99,100].

2.3.4 Propriedades de geopolímeros porosos

2.3.4.1 Propriedades no estado fresco

Como mencionado anteriormente, a mistura geopolimérica deve apresentar adequada reologia para a incorporação da espuma, o que promoverá uma melhor estabilidade e estrutura final dos poros. Acrescenta-se ainda que o geopolímero poroso fresco deve ter uma fluidez suficiente para ser considerado autoadensável (auto-escoante), evitando a necessidade de aplicação de vibração para sua acomodação nos moldes, tendo em vista que este procedimento aceleraria a retirada das bolhas inseridas na matriz porosa. Ensaios de viscosidade e fluidez podem ser utilizados para avaliar a reologia das

misturas e para permitir a comparação do desempenho destas com materiais altamente fluidos [72].

Yang *et al.* [100] avaliaram o comportamento reológico de pastas geopoliméricas à base de lodo de reservatório calcinado, pós de escória de alto-forno com diferentes áreas superficiais específicas [4180 cm²/g (S4000) e 5810 cm²/g (S6000)], hidróxido de sódio, silicato de sódio e água. Foi investigado a dependência da reologia das pastas com a relação água/ligante (W/B) e a área superficial do material precursor, sabendo que a viscosidade afetaria a posterior inserção de espuma pré-formada. Após o processo de mistura por 35 min, a viscosidade das pastas foi avaliada continuamente ao longo de 20 min e os resultados são apresentados na Figura 2.13a.

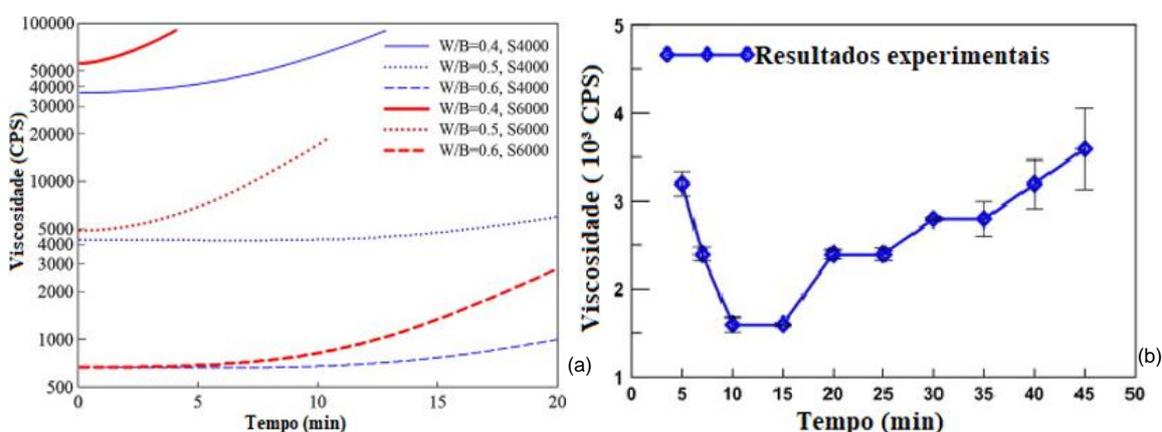


Figura 2.13 – (a) Variação da viscosidade das pastas geopolimérica com o tempo para composições onde foi considerado distintas relações W/B (0,4 a 0,6) e o emprego de precursores com diferentes áreas superficiais (S4000 e S6000). (b) Medidas de viscosidades da pasta aglutinante fresca em função do tempo de cura [99,100].

Verificou-se que a redução da relação água/ligante e o emprego de um precursor com maior área superficial (S6000) contribuíram para a obtenção de misturas com maior viscosidade. Ainda, reportou-se que a obtenção de misturas com valores de viscosidade inferiores a 5000 cP (5000 mPa.s) nos primeiros 20 min de agitação são preferíveis para a incorporação da espuma, pois acima deste valor é provável ocorrer o colapso das bolhas [100].

Huang *et al.* [99] também produziram ligantes inorgânicos porosos a partir da mistura de metacaulim, escória granulada de alto-forno, água, hidróxido de sódio, silicato de sódio e espuma pré-formada. Neste estudo foi afirmado que a viscosidade ideal da pasta deve estar entre 1500 a 2500 cP (Figura 2.13b) para esta incorporar adequadamente a espuma durante o processo de mistura.

Por sua vez, Dhasindrakrishna e colegas [16] analisaram o efeito da variação da estabilidade da espuma pré-formada (Figura 2.14a) e da retração/expansão de argamassas geopoliméricas porosas (Figura 2.14b, produzidas com cinza volante, escória de alto-forno, areia, espuma pré-formada) quando na presença de três diferentes combinações de soluções ativadoras preparadas com hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio (SS) e/ou $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Foi constatado que a retração das argamassas porosas diminuiu com o aumento de estabilidade da espuma, ou seja, com a redução do colapso das bolhas. Além disso, observou-se a variação do espalhamento (fluidez) das misturas porosas entre 280 a 430 mm imediatamente após seu preparo.

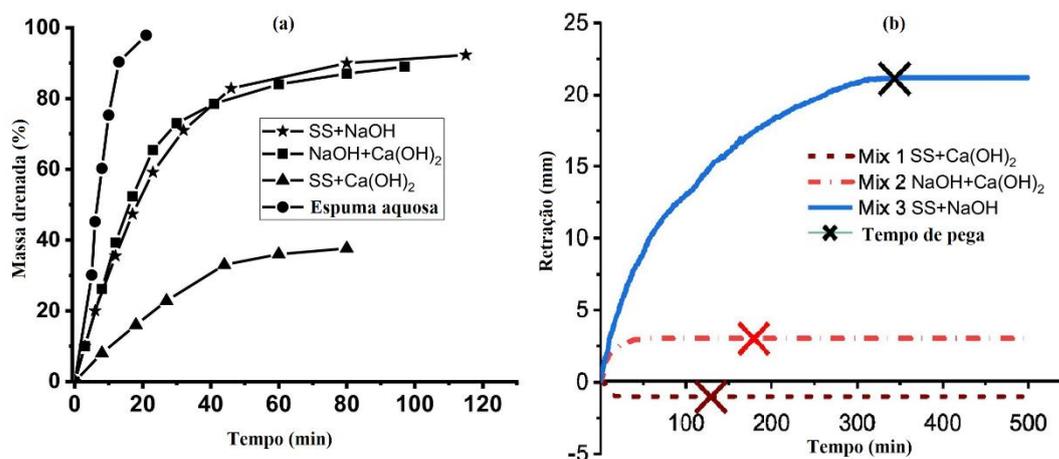


Figura 2.14 – (a) Efeito do ativador na estabilidade da espuma aquosa e (b) Retração da argamassa geopolimérica porosa fresca como tempo [16].

Sendo assim, é possível correlacionar: (i) as características dos poros resultantes (como teor de vazios, tamanho e distribuição/interconectividade destes) com a estabilidade da matriz geopolimérica porosa no estado fresco, e (ii) o tempo de pega/enrijecimento e a quantidade de incorporação de poros. Estes fatores afetarão também outras propriedades dos geopolímeros no estado

endurecido, como resistência mecânica, condutividade térmica e absorção sonora [16,19].

2.3.4.2 Propriedades no estado endurecido

A densidade é um parâmetro que pode ser avaliado tanto no estado fresco quanto no estado endurecido e, neste último caso, o valor encontrado será resultado da quantidade de ar incorporado na matriz e da estabilidade das bolhas até o enrijecimento dos geopolímeros. Portanto, o aumento da estabilidade das espumas poderá garantir a obtenção de materiais com menores densidades [72].

Alguns estudos apresentam dados da densidade de geopolímeros porosos obtidos a partir de diferentes agentes espumantes, sendo verificado valores na faixa de 0,08 a 0,25 g/cm³ [17,18]. Além disso, a porosidade total destas composições leves tem uma relação inversamente proporcional com a densidade obtida, sendo comum encontrar teores de poros entre 40 a 80 %-vol [72,101]. Em geral, poros pequenos, fechados e homoganeamente distribuídos na microestrutura são os mais adequados para a maioria das aplicações.

A Tabela 2.4 contém algumas propriedades de ligantes inorgânicos processados com espumas pré-formadas. Em geral, observa-se que este método de preparação permite a obtenção de corpos de prova com propriedades similares a de outras técnicas empregadas na produção de cerâmicas porosas.

Tabela 2.4 – Densidade, porosidade e condutividade térmica de geopolímeros porosos produzidos a partir da incorporação de espuma pré-formada.

Ref.	Fontes de alumino-silicatos	Íons alcalinos	Densidade aparente (g/cm ³)	Porosidade total (%)	Condutividade Térmica (W/m.K)
[102]	Cinza volante Tipo C	Sódio	0,23 – 0,57	77,8 – 91,1	0,05 – 0,11
[103]	Cinza volante Tipo F + Escória	Sódio	0,57 – 0,56	62,7 – 74,8	0,25 – 0,28
[104]	Cinza volante Tipo F + Escória	Sódio	0,35 – 1,49	1,3 – 76,7	0,02 – 0,19

A Figura 2.15a indica que o aumento na quantidade de poros contidos na matriz geopolimérica resulta no decréscimo da densidade das amostras,

ocasionando a obtenção de materiais mais leves. Por sua vez, a maior incorporação de espuma (Figura 2.15b), isto é, o aumento de porosidade, contribui para a diminuição da condutividade térmica dos corpos de prova produzidos.

O tipo dos poros (abertos ou fechados) contidos na microestrutura dos materiais leves, seus tamanhos ($d_{50} = 0,5-5 \mu\text{m}$) e sua quantidade total ($> 40\%$) influenciam o comportamento de transferência de calor e o potencial de aplicação destes como isolantes térmicos [105]. Segundo Wakili *et al.* [106], a condutividade térmica é resultante da soma entre as contribuições associadas a: (i) condução de calor através do sólido e do ar, (ii) por convecção através do ar aquecido, e (iii) por radiação entre faces adjacentes dos poros perpendiculares à direção do fluxo de calor. Os materiais com maior porosidade total/menor densidade e que apresentem reduzido tamanho de poros usualmente possuem baixa condutividade térmica [19]. Além disso, os geopolímeros leves tendem a apresentar menor condutividade do que os concretos porosos (baseados em OPC) por possuírem menor quantidade de água quimicamente ligada em sua estrutura [88].

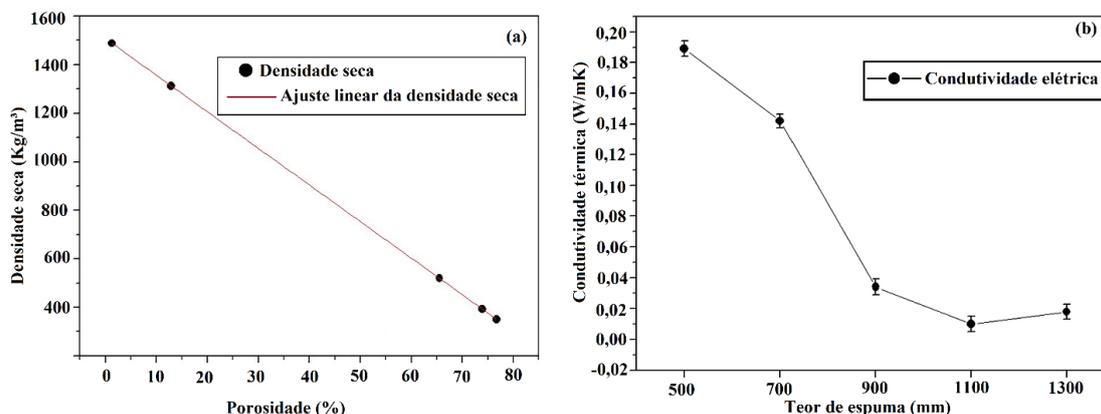


Figura 2.15 – (a) Relação densidade seca e porosidade total e (b) condutividade térmica e teor de espuma de uma pasta geopolimérica porosa [104].

Outra propriedade explorada em materiais porosos é a resistência ao fogo. Os parâmetros de avaliação dependem da aplicação do material e as propriedades usualmente analisadas em escala laboratorial são a resistência

residual após resfriamento e variação volumétrica frente a exposição a altas temperaturas (600 – 1000 °C) [72]. A perda de resistência pode ser correlacionada com a perda de água livre nos poros grandes, água adsorvida em poros pequenos e água quimicamente ligada. Isso ocorre, pois a perda de água pode levar ao aumento da pressão de vapor no interior do material e ocasionar o aparecimento de fissuras, comprometendo a integridade estrutural do ligante. O aquecimento pode ainda resultar na desidroxilação do geopolímero, com perda de água quimicamente ligada, e posterior diminuição de sua resistência mecânica [88].

Zhang *et al.* [88] avaliaram a resistência mecânica e variação linear dimensional em função da temperatura de queima para geopolímeros porosos preparados com cinza volante, escória granulada de alto-forno, solução de NaOH e silicato de sódio e com a adição de espuma pré-formada. A Figura 2.16 apresenta o efeito da elevação da temperatura nas propriedades acima mencionadas, onde a sigla “F5S0” representa a composição processada com 5 g de espuma, 100 g de cinza volante e 0 g de escória e “F5S30” continha a mesma quantidade de espuma, porém um total de 70 g de cinza volante e 30 g de escória.

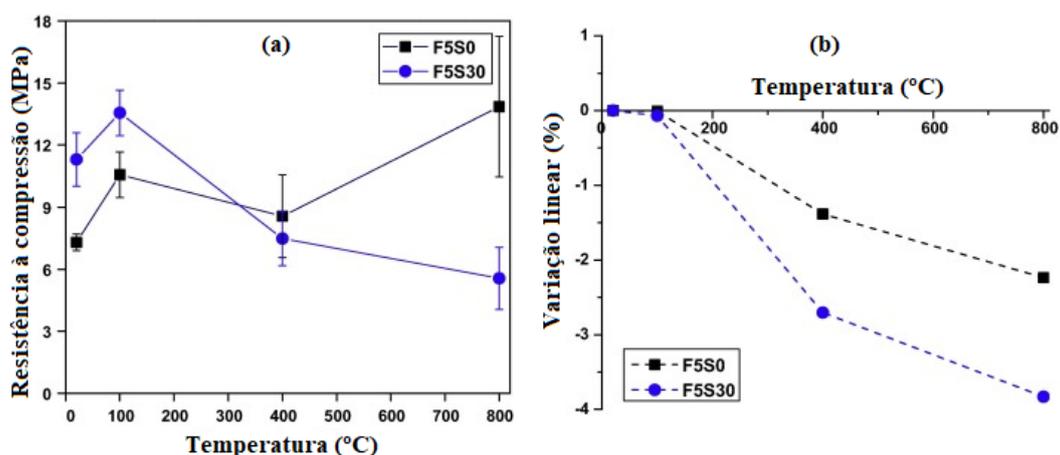


Figura 2.16 – Efeito da elevação de temperatura de queima na (a) resistência à compressão e (b) variação linear dimensional de geopolímeros porosos preparados a partir de misturas de cinza volante e escória [88].

Nota-se que a presença de escória na composição F5S30 e a perda de água quimicamente ligada dos géis formados induziu alterações nas propriedades físicas das amostras estudadas com o aquecimento. Por outro lado, o geopolímero composto apenas por cinzas volantes (F5S0) apresentou aumento de sua resistência mecânica acima de 400°C (Fig. 2.16a) e a retração dos corpos de prova, destacada na Fig. 2.16b, está também relacionada a perda de água em função do aumento da temperatura.

As características dos poros presentes na microestrutura tem um papel importante no comportamento mecânico dos geopolímeros, sendo que poros finos, isolados e de distribuição homogênea resultam em melhores valores de resistência à compressão [5,16,19]. Ressalta-se que a integridade do esqueleto/paredes celulares dependem da matriz geopolimérica. A Tabela 2.5 mostra dados de alguns estudos voltados a avaliação de geopolímeros porosos obtidos com espuma pré-formada, destacando-se a relação entre densidade, porosidade e resistência mecânica.

Tabela 2.5 – Dados de diferentes sistemas geopolimérico porosos, sendo destacado os valores de densidade aparente, porosidade total e resistência à compressão.

Ref.	Fontes de aluminossilicatos	Íons alcalinos	Densidade aparente (g/cm ³)	Porosidade total (%)	Resistência à Compressão (MPa)
[19]	Cinza volante + Escória	Sódio	0,66 - 0,65	-	1,75 - 2,3
[99]	Metacaulim + Escória	Sódio	0,4 - 1,0	-	0,3 - 20
[100]	Lodo calcinado + Escória	Sódio	0,7 - 0,1	-	1,5 - 5
[102]	Cinza volante Tipo C	Sódio	0,23 - 0,57	77,8 - 91,1	0,35 - 2,2
[103]	Cinza volante Tipo F + Escória	Sódio	0,57 - 0,56	62,7 - 74,8	0,3 - 0,84
[104]	Cinza volante Tipo F + Escória	Sódio	0,35 - 1,49	1,3 - 76,7	0,5 - 44,2
[94]	Cinza volante Tipo F	Sódio	1,19	50,55	± 3,8

Em geral, os materiais com baixa densidade ($< 1 \text{ g/cm}^3$) ou alta porosidade ($> 50\%$) apresentam limitada resistência mecânica devido à redução de material ligante e estruturas com paredes mais finas e frágeis.

Alnahhal *et al.* [107] avaliaram argamassas geopoliméricas preparadas à base de cinza volante, areia, hidróxido de sódio, silicato de sódio e espuma pré-formada. Tais autores verificaram que houve a redução da densidade dos corpos de prova produzidos, devido a inserção de um maior número de poros na microestrutura. Conseqüentemente, observou-se o incremento da absorção de água nestes materiais (Fig. 2.17), em virtude da presença de poros interconectados que facilitaram a penetração da água. Estes vazios contidos no geopolímero contribuíram também para a obtenção de microestruturas porosas com paredes finas e baixa resistência mecânica.

A resistência à flexão não é um parâmetro comumente avaliado em geopolímeros porosos por conta de a fratura tender a ocorrer em zonas de defeitos/fragilidades e os poros, apesar de intencionais, contribuem para menores valores de resistência. É comum que os valores de resistência à flexão sejam de 4 a 10 vezes menores que os valores de resistência à compressão [100,108].

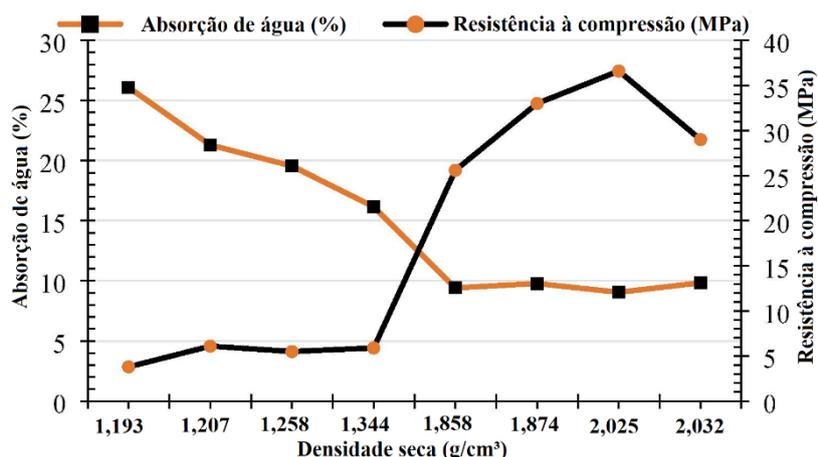


Figura 2.177 – Evolução da resistência à compressão e absorção de água de geopolímeros porosos em função da densidade destes materiais [107].

O módulo de Young ou módulo de elasticidade (MOE) geralmente dos materiais porosos é menor quando comparado com os densos, podendo estes

se encontrarem na faixa de 0,1 a 7,4 GPa para geopolímeros com densidades variando entre 0,25 a 1,8 g/cm³ [108,109]. Por exemplo, Zhang e Wang [109] investigaram ligantes inorgânicos porosos preparados com a mistura de cinza volante, escória, hidróxido de sódio, silicato de sódio e espuma pré-formada. Neste estudo as amostras preparadas apresentaram valores de MOE entre 1 e 6 GPa e resistência à compressão de 5 a 50 MPa (Figura 2.18). Ressalta-se que a porosidade aparente destes materiais variou entre 34 a 65% em função do teor de espuma incorporado na matriz geopolimérica (de 0 a 16%).

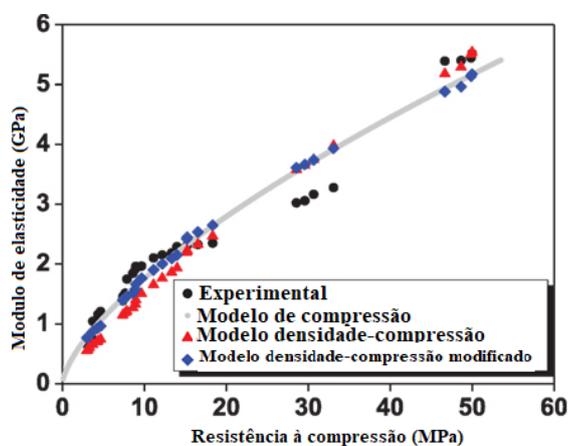


Figura 2.18 – Relação entre o módulo de elasticidade e da resistência à compressão de geopolímeros porosos [109].

Por fim, a absorção de som de geopolímeros porosos também é de interesse para materiais isolantes acústicos e placas geopoliméricas porosas podem apresentar maior perda de transmissão comparadas as placas de gesso, cimento e silicato de cálcio [99,100].

A Tabela 2.6 apresenta resumidamente alguns dados de uma busca efetuada na literatura sobre os trabalhos envolvendo geopolímeros porosos obtidos a partir da incorporação de uma espuma preparada previamente. Nota-se que a produção destes ligantes a partir da incorporação de espuma pré-formada é menos comum do que a aplicação da técnica de espumação química. Por esta razão, encontrou-se um número restrito de estudos disponibilizados sobre este método de fabricação.

Tabela 2.6 – Resumo de dados de trabalhos encontrados na literatura que abordam a produção e avaliação de geopolímeros porosos obtidos com a incorporação de espuma.

Ref.	Materiais	Processamento	ρ geopolímero poroso (g/cm ³)	ρ espuma (g/cm ³) e Qtd. de adição	AA (%)	PT (%) ou PA (%)	\emptyset dos poros	Resist. à compressão (MPa)	Resist. à flexão (MPa)	Cond. térmica (W/mK)
[16]	Escória, cinza volante, NaOH, metassilicato de sódio anidro e cal hidratada, areia (3,6 % massa total)	3 min p/ sólidos, + 2 min c/ ativador e + 2 min c/ espuma	0,42-0,51	- 9,4 % do peso total	-	-	50% entre 0,1 - 0,3 mm	< 0,75 taxa de 1 mm/min	-	-
[19]	Cinza volante, escória, NaOH e silicato de sódio	Espuma 20 s manualmente, 1,30 min e cura a 60 °C por 24h	0,66	-	-	-	0,0-1,47 mm	1,75-2,3 taxa de 1 mm/min	-	0,25-0,2
[46]	Escória, NaOH, silicato de sódio e 2 g de areia por g de aglutinante	Cura a 60 °C por 24h	0,35-0,8	0,07 11,5 %p.	-	-	60-30% < 0,5 mm	< 0,5	-	0,175-0,3
[88]	Cinzas volantes, escória, NaOH e silicato de sódio	5 min p/ sólidos, a adicionou ativadores e + 1-2 min c/ espuma e cura a 40 °C por 24h	1,600-0,720	- 0, 1,3, 3,3, 5, 6,7, 10, 13 e 16 % p. sólidos	-	-	-	48-3 taxa de 0,5 mm/min	-	0,48-0,15
[99]	Metacaulim, escória, NaOH e silicato de sódio	5 min p/ secos, + 5 min c/ ativador, + 3 min c/ espuma e cura ambiente por 24h	0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,85 e 1,0	0,0436 a 0,0311 -	300-50	-	80% < 0,3 mm	0,3-20	-	-
[100]	Lodo calcinado, escória, NaOH e silicato de sódio	5 min p/ geopolímero e cura ambiente por 24h	0,7, 0,8, 0,9 e 1,0	-	90-35	-	80% < 0,3 mm	1,5-5	0,25-0,6	-

Ref.	Materiais	Processamento	ρ geopolímero poroso (g/cm ³)	ρ espuma (g/cm ³) e Qtd. de adição	AA (%)	PT (%) ou PA (%)	\emptyset dos poros	Resist. à compressão (MPa)	Resist. à flexão (MPa)	Cond. térmica (W/mK)
[102]	Cinzas volantes e silicato de sódio	cura a 45 - 60 °C por 24 h sob umidade relativa de 95%	0,57-0,23	-	-	77,8-90,91	-	2,2-0,33	-	0,1118-0,0552
[103]	Cinza volante, escória, metassilicato de sódio, fibra de álcool polivinílico, areia e perlita expandida	2 min p/ secos, + 2 min com ativador, +3 min com fibras e homogeneização da espuma	0,57-0,56	0,05 8,5, 14,6 e 18,1 % p ligante	-	67,2-74,8	0,05-0,3 mm	0,3-0,84 taxa de 1 mm/min	0.18-0.53 taxa de 1 mm/min	0,25-0,28
[104]	Cinza volante, escória, NaOH, silicato de sódio	4 min p/ geopolímero, +4 min com espuma e cura ambiente por 24h	0,35-1,49	-	-	1,3-76,7	-	0,5-44,2	-	0,02-0,19
[107]	Cinza volante, NaOH, silicato de sódio e areia (areia/ligante 1:1 < 0,6 mm)	-	1,19	0,05 -	< 27	50,55	-	3,8	0,8	-
[109]	Cinza volante, escória, NaOH e silicato de sódio	5 a 10 min p/ geopolímero e cura a 40°C por 24h	-	- 0, 1,3, 3,3, 5, 6,7, 10, 13 e 16 % p. sólidos	-	34-65	5,6 - 1000 um	50-1 taxa de 0,5 mm/min	-	-
[110]	Cinzas volantes, escória, NaOH e silicato de sódio	5 min p/ geopolímero, + 5 min c/ espuma e cura a 60 °C e temperatura ambiente por 24h	1,650 e 1,667	Relação pasta e espuma de 1:2 (em volume)	2,35 e 1,22	15,29 e 6,78	4-37 μ m	18,1 e 18,2	-	-

OBS: ρ = densidade; AA = Absorção total de água; PT = Porosidade total; PA = Porosidade aparente; \emptyset = Diâmetro

2.3.5 Potenciais aplicações para geopolímeros porosos

Estudos mais recentes vêm demonstrando a superioridade de desempenho dos geopolímeros porosos sobre muitos materiais de construção, o que valida sua possível utilização como painéis isolantes térmicos, barreiras corta-fogo, painéis acústicos, blocos de alvenaria, membros estruturais e semiestruturais, bem como, aplicações potenciais como adsorventes de metais pesados (Ni, Pb, Cu, Cs), catalisadores e reguladores de pH [15,72,74].

Por exemplo, Hajimohammadi, Ngo e Mendis [19] produziram uma matriz geopolimérica porosa composta por cinza volante, escória granulada de alto-forno, silicato de sódio, hidróxido de sódio e espuma pré-formada visando o desenvolvimento de materiais para aplicação como isolantes térmicos. Foram obtidas composições que apresentaram condutividade térmica de 0,2 W/m.K a temperatura ambiente, densidade de 0,66 g/cm³, resistência à compressão de 2,3 MPa e uma faixa de distribuição de tamanhos de poros de 0 - 5 µm.

Outros trabalhos focaram na avaliação de geopolímeros leves à base de metacaulim, hidróxido de sódio e silicato de sódio obtidos com espuma pré-formada para a confecção de placas porosas como revestimento de proteção acústica. Neste caso, identificou-se que as composições produzidas apresentaram boas propriedades para absorção de som devido ao tamanho dos poros ser inferior a 0,3 mm. Tal característica permitiu obter placas que superaram o desempenho de alguns materiais comerciais, como gesso, cimento e silicato de cálcio. Além disso, tais geopolímeros apresentaram resistência à compressão de 2 - 10 MPa para composições que variaram suas densidades entre 0,4 - 1 g/cm³ [99].

Do ponto de vista de componentes para construção, os geopolímeros porosos são uma alternativa sustentável ao concreto celular convencional, com propriedades que podem atender as demandas de aplicação. Alnahhal *et al.* [107] confirmaram tal tendência a partir da produção de uma argamassa geopolimérica porosa à base de cinza volante, hidróxido e sódio, silicato de sódio e areia. O melhor desempenho foi obtido para a composição que apresentou densidade de 1,19 g/cm³, resultando na resistência a compressão de 2,9 MPa aos 3 dias e 3,8 MPa aos 28 dias, porosidade de 50,55 %vol e absorção de água

inferior a 30 %. Tais propriedades consistem em bons resultados para uso deste material como componentes semiestruturais.

Em resumo, os geopolímeros porosos podem ser considerados versáteis e ambientalmente amigáveis, podendo ser utilizados em aplicações de mitigação ambiental e como materiais de construção multifuncionais e economizadores de energia. Entretanto, para que estes venham a se diferenciar dos materiais convencionais existentes, é necessário que estes polímeros inorgânicos possuam uma combinação de boas propriedades (p.e., baixa condutividade térmica e do som, resistências mecânicas, estabilidade térmica, absorção de água, etc.) para garantir o sucesso de suas aplicações [74]. Atenta-se que o desenvolvimento de novos geopolímeros funcionais deve ser efetuado a partir da otimização da composição química, condições de processamento e levando em consideração as solicitações a que estes materiais devem satisfazer quando aplicados na prática.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Fluxograma do projeto de pesquisa

A Figura 3.1 apresenta resumidamente o fluxograma das etapas envolvidas no desenvolvimento desta dissertação, sendo destacado: (i) as etapas iniciais, que consistiram na caracterização das matérias-primas selecionadas, montagem do equipamento utilizado para geração de espuma e definição dos parâmetros de operação e estabilização das espumas produzidas; (ii) síntese das pastas geopoliméricas e avaliação da incorporação de espuma pré-formada para a produção dos materiais leves; e (iii) escolha da melhor condição de processamento e produção e caracterização das argamassas geopolimérica porosas.

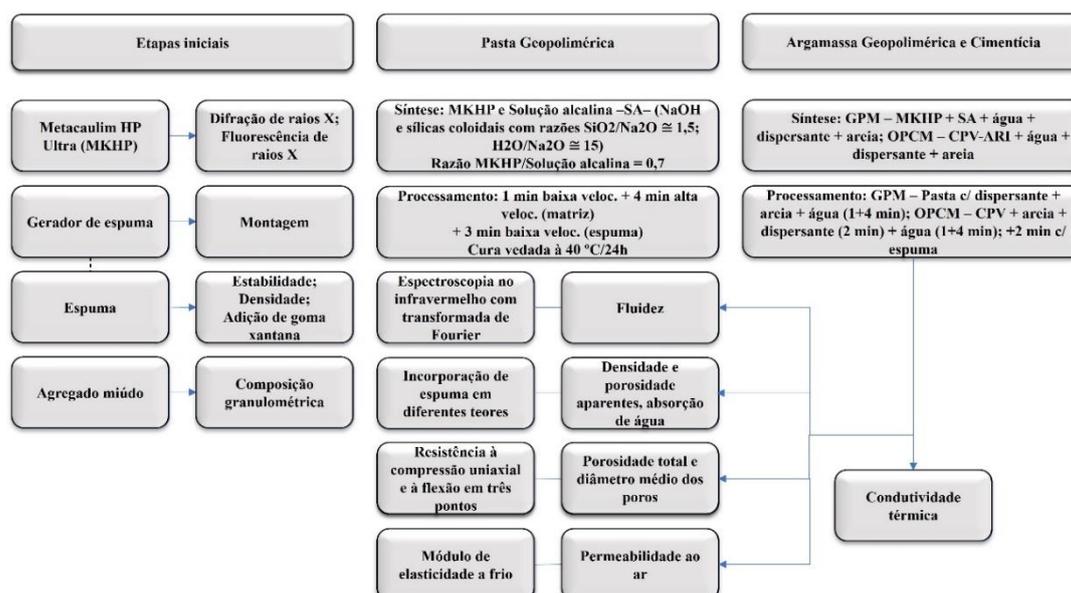


Figura 3.1 – Fluxograma proposto para o desenvolvimento deste estudo.

3.2 Seleção de matérias-primas

O precursor escolhido foi um metacaulim comercial (MKHP, metacaulim HP Ultra) da empresa Metacaulim do Brasil. A análise química confirmou que este material contém 38%-p de Al₂O₃, 61%-p de SiO₂, 0,53%-p de K₂O e 0,15%-

p de CaO. Tais teores de alumina e sílica são considerados adequados para a produção dos geopolímeros.

A solução ativadora foi elaborada a partir da combinação de NaOH e uma suspensão de sílica coloidal (CS), conforme sugerido em [12]. Para isso, pellets de NaOH (P.A – PM: 40,00, Nox Lab Solutions) foram dissolvidos em uma suspensão contendo a mistura das sílicas coloidais Levasil CS40-120 (SiO₂ = 40%-peso) e Levasil RD442 (SiO₂ = 15%-peso) da empresa Nouryon, Brasil. As seguintes relações foram utilizadas para a formulação da solução ativadora: SiO₂/Na₂O \cong 1,5; H₂O/Na₂O \cong 15 (razão molar).

A espuma pré-formada foi produzida com o uso do agente espumante líquido CQ Celmix (Camargo Química, Brasil), o qual apresenta cor azul e densidade de 1,00 – 1,04 g/cm³. A fim de aprimorar a estabilidade da espuma gerada, foi avaliado o efeito da adição de diferentes teores (0,18, 0,25 e 0,45%-peso) de goma xantana (d < 74 μ m) a mistura de água + agente espumígeno.

A confecção das argamassas foi conduzida com o uso de agregados miúdos baseados em areia normal brasileira, conforme indica a NBR 7214 [111]. O material normalizado foi fornecido pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) nas frações correspondentes a: n° 50 (0,6 mm - 0,3 mm) e n° 100 (0,3 mm - 0,15 mm).

O ligante hidráulico utilizado para elaboração das argamassas à base de OPC foi o CP V-ARI MAX (Cimento Nacional, Brasil) que apresentou 70,3%-p de CaO, 16,8%-p de SiO₂, 5,5%-p de Al₂O₃, 3%-p de Fe₂O₃, 1,8%-p de Na₂O, entre outros. Este ligante foi escolhido tendo por ser o mais indicado para concreto celular devido ao seu rápido ganho de resistência inicial que auxilia a desmoldagem e, ainda, por esse ganho de resistência com pouca idade favorecer a comparação com os geopolímeros que costumam ser ensaiados após desmolde.

3.3 Síntese do geopolímero

A pasta geopolimérica (Figura 3.2) foi preparada com a mistura do precursor com a solução alcalina na proporção de 1:0,7 (em massa),

respectivamente. A solução ativadora foi previamente preparada e homogeneizada em um agitador mecânico de bancada (rotação de 400 rpm por cerca de 3 horas) até a obtenção de um líquido transparente, dando-se um intervalo de 24 horas de descanso antes de seu uso. O processamento do geopolímero foi realizado em misturador de alta energia (marca Solotest, Brasil) por 1 minuto com agitação em baixa intensidade e 4 minutos em alta intensidade.

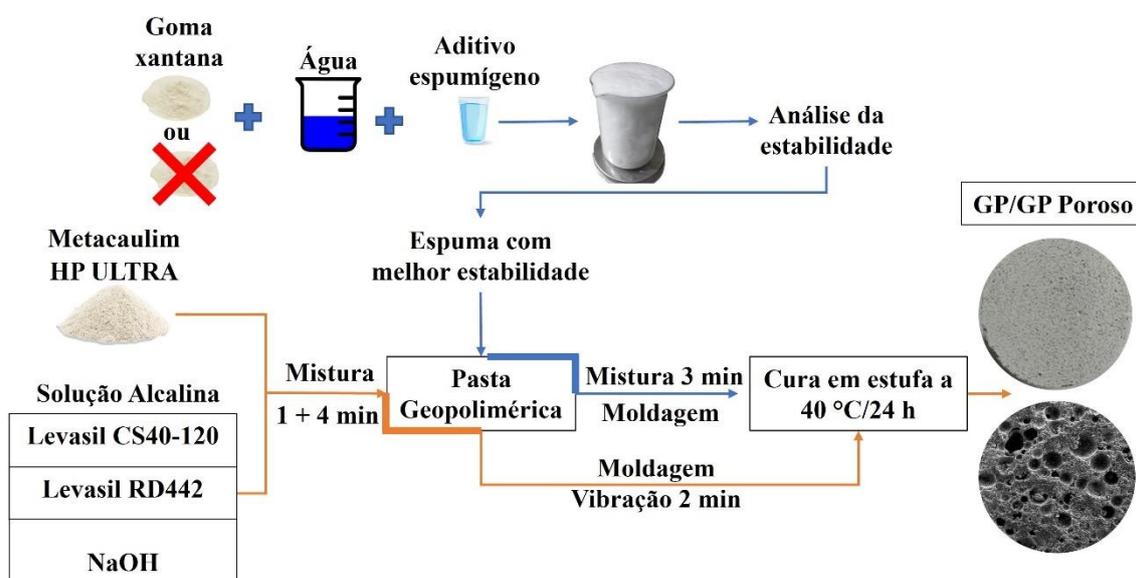


Figura 3.2 – Fluxograma (a) pasta geopolimérica/geopolimérica porosa.

A mistura obtida foi vertida em moldes cilíndricos (40 mm x 40 mm) e prismáticos (150 mm x 25 mm x 25 mm) que foram mantidos sob vibração durante 2 minutos. O conjunto moldes + pastas geopoliméricas foram cobertos por filmes plásticos, a fim de preservar a umidade e evitar o surgimento de trincas por secagem rápida e eles foram mantidos em estufa a 40 °C por 24 h. Após este período as amostras foram desmoldadas e submetidas aos ensaios de caracterização.

3.4 Preparação das pastas e argamassas geopoliméricas porosas

A espuma pré-formada foi produzida a partir de uma solução contendo somente água e agente espumígeno ou água, agente espumígeno e goma

xantana. Esta última foi inicialmente dissolvida em diferentes teores no meio líquido a partir do emprego de agitação mecânica (mistura a 1600 rpm durante 8 minutos). Num segundo momento, o agente espumígeno foi diluído na proporção de 1/40 (um litro de aditivo para quarenta litros de água, conforme as recomendações do fabricante) e incorporado à mistura (água + GX).

Foi construído um gerador de espuma de pequeno porte, a partir de tubos e conexões hidráulicas, uma bomba de água e um compressor de ar, como ilustrado na Figura 3.3. O princípio da espumação se dará pelo bombeamento da solução (água + agente espumante ou água + GX + agente espumante) em direção a pistola, onde ela entrará em contato com um jato de ar comprimido. A mistura (líquido + ar) se moverá em direção a saída da pistola, entrando em contato com lãs de aço que auxiliarão na formação da espuma.

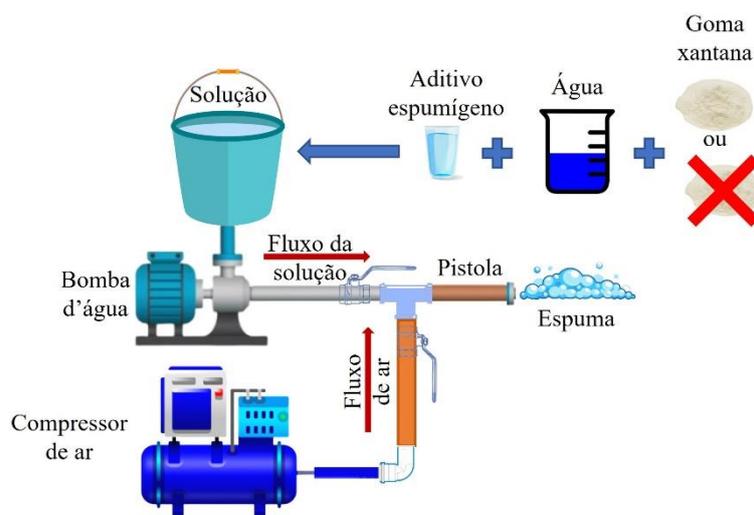


Figura 3.3 – Representação ilustrativa do sistema gerador de espuma utilizado neste trabalho.

Almejando-se garantir a reprodutibilidade dos geopolímeros porosos produzidos, foram efetuados diversos ensaios com o gerador de espuma para que se obtenha um procedimento padrão de produção da espuma pré-formada em termos de densidade.

Imediatamente após a preparação da pasta no estado fresco (Figura 3.2), a espuma pré-formada de melhor estabilidade (item 3.5.3) foi incorporada na pasta geopolimérica em proporções de 5, 7,5, 10 e 15 %-peso e uma etapa de mistura em baixa intensidade foi conduzida durante 3 minutos para a completa homogeneização. Depois disso, as pastas aeradas foram vertidas em moldes e seguiram o processamento descrito anteriormente. Destaca-se que as amostras porosas não foram vibradas, uma vez que a vibração tem o intuito de adensamento (acomodação e remoção de bolhas), o que não é necessário no caso de materiais porosos com adequada trabalhabilidade.

No caso da produção de argamassas geopoliméricas/cimentícias porosas, após determinação da densidade e tamanho de partículas dos agregados miúdos, foram avaliados diferentes traços. Para a determinação da argamassa de referência à base de OPC, foi utilizado o software Elkem Materials Mixing Analysis (EMMA) o qual foi programado para proporcionar uma microestrutura coesa e com alto grau de empacotamento, utilizando o modelo de empacotamento de Alfred e coeficiente de distribuição (q) = 0,37 [112], tendo como ideia base que a microestrutura bem empacotada após a incorporação das bolhas resultaria na formação de paredes mais coesas, sem conexões e de maior resistência mecânica.

Após alguns testes foi determinado que a proporção entre os agregados nº 50 e nº 100 seria de 1:1 e que a proporção entre ligante e agregado seria de 1:1,5. A relação água/cimento (a/c) escolhida para a mistura contendo cimento Portland foi de 0,38, sendo utilizado 0,2%-p de aditivo dispersante à base de polietilenoglicol (Castament FS10, Basf, Alemanha). A preparação da argamassa cimentícia (Figura 3.4) consistiu na homogeneização dos pós secos em baixa rotação durante 2 min, a fração líquida foi adicionada e misturada por 1 min ainda em baixa rotação e, por fim, misturada por 4 min em alta rotação totalizando 7 min de preparação.

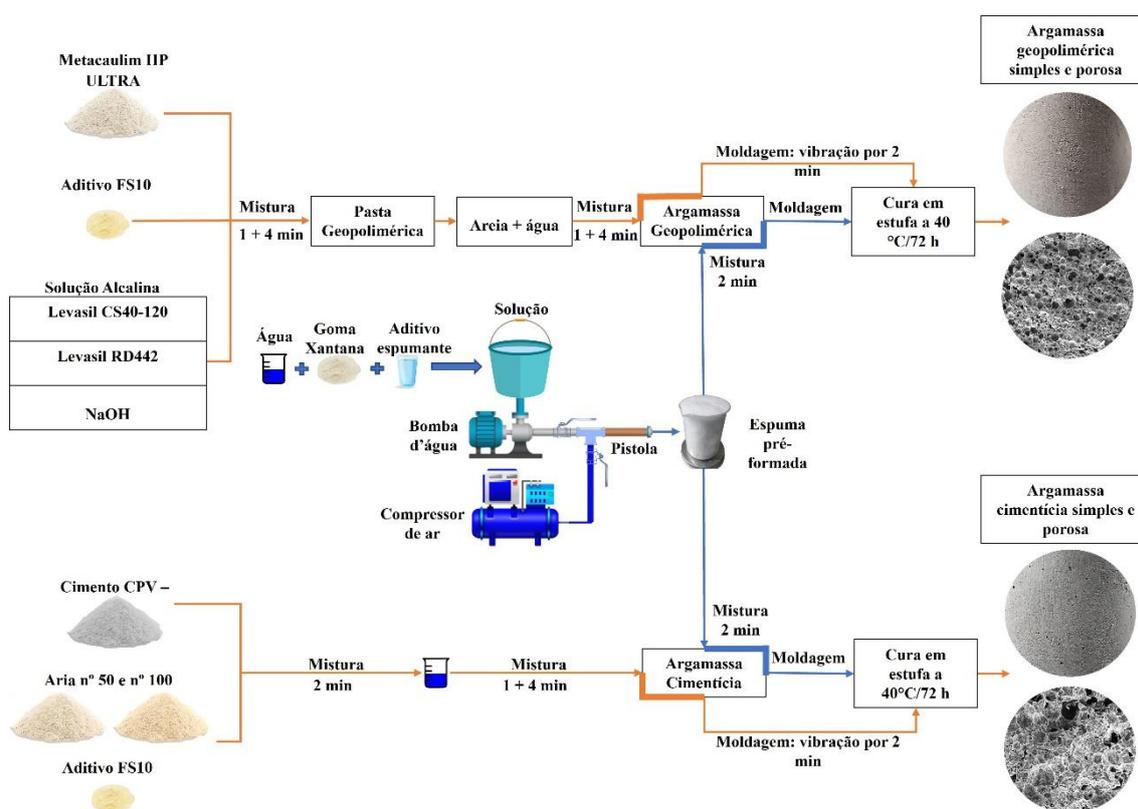


Figura 3.4 – Fluxograma da argamassa geopolimérica/geopolimérica porosa e argamassa cimentícia/concreto celular.

As amostras foram moldadas sob vibração por 2 min e curadas em câmara úmida a 40 °C/72 h sendo desmoldadas nas primeiras 24 h. No caso da incorporação da espuma, após completado os 7 min de mistura da argamassa, a espuma foi adicionada e homogeneizada por 2 min em baixa rotação, sendo a composição moldada e curada da mesma maneira.

A argamassa geopolimérica foi preparada com as mesmas razões descritas anteriormente, com exceção da parte líquida, pois a relação solução alcalina/precursor foi mantida em 0,7 e uma quantidade extra de água/precursor de 0,087 foi utilizada para obter uma trabalhabilidade adequada. Inicialmente a mistura foi realizada tal qual a supracitada, entretanto outros ajustes foram requeridos durante o procedimento de preparação. Este processamento (Figura 3.4) consistiu em preparar primeiramente o ligante como descrito na Seção 3.3 (incluindo agora o aditivo dispersante) e após os 5 min de mistura, os agregados nº 50 e nº 100 e a fração de água foram adicionados para uma mistura lenta por

1 min e rápida por 4 min, totalizando 10 min de preparação. As amostras foram moldadas sob vibração por 2 min, seladas e curadas em estufa a 40 °C/72 h sendo desmoldadas nas primeiras 24 h. A incorporação da espuma pré-formada ocorreu da mesma maneira que para a argamassa à base de OPC.

Referente aos teores de espuma adicionados, foi observado que as argamassas reagiam de maneira diferente a espuma. Enquanto para a argamassa geopolimérica era possível incorporar maiores teores de espuma, para a argamassa à base de OPC o teor de espuma a ser incorporado era limitado. Tendo em vista que se desejava comparar os dois materiais e não seria possível usar o mesmo teor de espuma como parâmetro, optou-se por padronizar a incorporação de espuma (de maior estabilidade já determinada), almejando-se obter corpos de prova com densidade aparente similares.

3.5 Ensaio de caracterização

3.5.1 Difração de raios X (DRX)

Ensaio de difração de raios X foram realizados para a caracterização mineralógica das matérias-primas iniciais e identificação da presença de fases cristalinas ou não nas pastas geopoliméricas e argamassa cimentícia. Foram utilizadas amostras na forma de pó e os testes foram efetuados em um difratômetro de raios X da marca Bruker (D8 Focus, radiação $\text{CuK}\alpha$ [$\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$], com auxílio de um filtro de níquel e usando os seguintes parâmetros: 40 mA, 40 mV e passo = $0,02^\circ$.

3.5.2 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica de análise para permite identificar as características específicas da substância analisada através de padrões vibracionais e obter evidências da presença de grupos funcionais. A partir disso, é possível identificar um composto ou investigar sua composição química. Amostras na forma de pó foram avaliadas em um equipamento com dispositivo ATR-FTIR da PerkinElmer Spectrum 3 e

considerado os seguintes parâmetros: 4000-400 cm^{-1} , 20 varreduras e resolução de 4 cm^{-1} .

3.5.3 Estabilidade da espuma pré-formada

A avaliação da estabilidade da espuma foi feita em função do tempo necessário para o surgimento de um dos principais mecanismos de desestabilização, a drenagem. Esse indicador é de grande interesse por garantir que as bolhas da espuma se manterão estáveis após a mistura na matriz geopolimérica.

Neste estudo o tempo de surgimento do acúmulo de líquido no fundo do recipiente que contém a espuma foi correlacionado com o tempo de enrijecimento da matriz. Isto é, teve-se como objetivo que a espuma produzida deveria se manter estável por um período similar ao tempo de enrijecimento da pasta geopolimérica. A densidade aparente da espuma e do geopolímero no estado fresco foram medidos por meio da pesagem de um recipiente, de massa e volume conhecido, preenchido com estes materiais (com base no recomendado pela norma NBR 12644:2014 e ASTM C796M-19) [30,113].

3.5.4 Distribuição de tamanho de partículas

A norma utilizada para a realização do ensaio de caracterização do agregado miúdo (peneiramento) foi a NBR 17054 [114], a qual se refere a determinação da composição granulométrica ou distribuição de tamanho de partículas. Para isso, foi utilizado três alíquotas de 500 g para cada fração de areia normal selecionada, tendo o intuito de atestar que o agregado se apresenta dentro da faixa de diâmetro prometida. Para a fração nº 50 (0,6-0,3 mm) foram usadas as peneiras com abertura de malha 0,70, 0,50, 0,35, 0,30 e 0,25 mm e para a nº 100 (0,3-0,15) 0,35, 0,30, 0,25, 0,18, 0,15 e 0,125 mm.

3.5.5 Fluidez

A fluidez corresponde ao comportamento reológico de uma composição (mistura úmida e fresca) antes do início do seu enrijecimento, sendo a norma

ASTM C1446-19 [115] a indicada para a caracterização de materiais auto-escoantes. A avaliação da fluidez é de interesse para que a incorporação da espuma ocorra de maneira eficaz e com limitada perda das bolhas.

O ensaio consiste em verter a composição em um molde cônico (sem fundo) apoiado sobre uma superfície plana, não deve ser aplicado nenhum método de adensamento e o tronco de cone é removido deixando o material escoar durante 120 s para que então seja feita a medição do espalhamento com um paquímetro. A fluidez é determinada por:

$$Fluidez = \left(\frac{D_{exp} - D_{inf}}{D_{inf}} \right) \times 100 (\%) \quad (3.1)$$

onde, D_{exp} é o diâmetro médio de espalhamento (mm) e D_{inf} é o diâmetro inferior do molde cônico (mm). Testes de fluidez foram efetuados para as composições das pastas e argamassas produzidas neste estudo, visando padronizar o comportamento reológico e, assim, possibilitar a comparação entre diferentes materiais.

3.5.6 Densidade e porosidade aparentes e absorção de água

A densidade aparente (DA), porosidade aparente (PA) e absorção de água (AA) foram determinados a partir do princípio de Arquimedes, utilizando água como líquido de imersão e tendo como base os procedimentos indicados na norma ASTM C830-00 [116]. Os ensaios foram realizados após cura dos corpos de prova (CP) a 40 °C durante 24 h no caso das pastas e 72 h para as argamassas. Para isso foi efetuada a pesagem das amostras secas (m_s), dos CP imersos (m_i) no líquido e após a remoção da água, mas com a superfície saturada (m_{sat}).

Os resultados dos ensaios foram obtidos pelas seguintes equações:

$$DA = \left(\frac{m_s}{m_{sat} - m_i} \right) (g/cm^3) \quad (3.2)$$

$$PA = \left(\frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \right) \times 100 (\%volume) \quad (3.3)$$

$$AA = \left(\frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \right) \times 100 (\%massa) \quad (3.4)$$

3.5.7 Resistência à compressão uniaxial e à flexão em três pontos

Para determinação da resistência à compressão e à flexão, foram utilizados CP cilíndricos (40 mm x 40 mm) e prismáticos (150 mm x 25 mm x 25 mm), respectivamente. Os ensaios foram realizados após cura em estufa a 40 °C por 24 h no caso das pastas e 72 h para as argamassas e seguiu tendo como base a norma ASTM C133-97 [117]. A máquina de ensaio EMIC DL-10000 foi usada, sendo considerado a aplicação de uma taxa de deslocamento de 1,3 mm/min e 0,5 mm/min para a matriz geopolimérica e geopolímeros porosos, respectivamente.

A tensão compressiva máxima (σ_c) e a tensão de ruptura (σ_r) foram dadas pelas equações indicadas abaixo:

$$\sigma_c = \left(\frac{4 \cdot P_{máx}}{\pi \cdot D^2} \right) (MPa) \quad (3.5)$$

$$\sigma_r = \frac{3}{2} \left(\frac{P_{máx} \cdot L_a}{b \cdot h^2} \right) (MPa) \quad (3.6)$$

onde $P_{máx}$ é a carga de ruptura (N), D é o diâmetro do CP (mm), L_a é a distância entre apoios (127 mm), b e h são respectivamente a largura e altura do CP.

3.5.8 Porosidade total e diâmetro médio dos poros

Para a determinação da porosidade total (PT) das amostras produzidas foi feito uso de um método simples que se baseia na densidade real (DR) e aparente. A obtenção da densidade real dos corpos de prova foi realizada com o uso da técnica de picnometria de hélio (equipamento AccuPyc 1330, Micromeritics, EUA), enquanto a porosidade aparente foi medida como indicado

no item 3.5.6. A partir destes dados, a porosidade total foi calculada como mostrado a seguir:

$$PT = \left[1 - \left(\frac{DA}{DR} \right) \right] \times 100 (\%volume) \quad (3.7)$$

Por outro lado, o diâmetro médio dos poros encontrados na microestrutura das amostras porosas foi determinado através da superfície de fratura dos geopolímeros e argamassas, analisando 5 regiões diferentes de cada amostra com auxílio do software ImageJ, que foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (respectivamente, Philips XL-30 FEG e Tescan MIRA, LCE-UFSCar) para a avaliação da distribuição dos poros na microestrutura resultante e para auxiliar na determinação do diâmetro médio dos vazios existentes.

3.5.9 Módulo de elasticidade a frio (MOE)

O módulo de elasticidade (MOE) é um parâmetro que depende de fatores como composição química, porosidade, características microestruturais, dentre outros. A avaliação da evolução desta propriedade para as pastas foi analisada no período de 1, 4, 8, 12 e 16 dias a partir da desmoldagem das amostras prismáticas curadas (40 °C/24 h) e para as argamassas foi lido apenas o valor após 1 dia de cura. Para isso, foi empregada a técnica de excitação por impulso utilizando um equipamento RFDA HT1600 (IMCE, Bélgica).

Neste caso, a medição foi efetuada a partir do impacto de um dispositivo na superfície da amostra. Um captador acústico foi utilizado para coletar o sinal gerado e, a partir da frequência de vibração mensurada e dos parâmetros do corpo de prova analisado, foi possível calcular o MOE com o auxílio da equação indicada abaixo:

$$MOE = 0,9465 \left(\frac{m \cdot f_f^2 \cdot L^3 \cdot T_1}{b \cdot t^3} \right) (GPa) \quad (3.8)$$

onde m é a massa da barra (g), b , L e t são a largura, comprimento e espessura (mm) da barra, respectivamente, f_1 a frequência fundamental para a barra em modo flexional (Hz) e T_1 o fator de correção.

3.5.10 Permeamtria ao ar e a temperatura ambiente

Este experimento consistiu em forçar o escoamento de ar através de uma amostra mediante a aplicação de um gradiente de pressão como força motriz. A partir dos dados coletados neste ensaio, pode-se determinar as contribuições dos efeitos viscosos (permeabilidade Darciana, k_1) e inerciais (permeabilidade não-Darciana, k_2) associadas às interações entre fluido/fluido e fluido/meio poroso.

A permeamtria ao ar foi realizada a temperatura ambiente, usando amostras cilíndricas (40 mm x 40 mm) obtidas após secagem a cura a 40°C por 24 h no caso das pastas e 72 h para as argamassas e com o auxílio de um permeâmetro desenvolvido pelo Prof. Dr. Murilo Innocentini (UNAERP-Ribeirão Preto) [118–120]. O método consistiu em coletar vinte pares de pressão e vazão correspondentes. A magnitude das constantes de permeabilidade Darciana (k_1) e não-Darciana (k_2) foi calculada a partir destes dados coletados e mediante ajuste polinomial à curva $(P_i^2 - P_0^2)/(2P_0L)$ em função da velocidade do fluido percolante (v_s), conforme a equação de Forchheimer a seguir [118–120]:

$$\frac{P_i^2 - P_0^2}{2P_0L} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \quad (3.9)$$

onde, P_i e P_0 são respectivamente as pressões absolutas medidas na entrada e na saída da amostra, L é a espessura da amostra, ρ e μ são respectivamente a densidade (1,07 kg/m³) e a viscosidade do ar (1,8 x 10⁻⁵ Pa.s).

3.5.11 Condutividade térmica

Existem muitas formas de medir a condutividade térmica de um material, sendo uma delas através da técnica de estado estacionário, a qual o equipamento LaserComp, modelo FOX 304 faz uso. O método de medição do

fluxo de calor é definido pela ASTM C518-21, onde a taxa de fluxo de calor é obtida através de uma superfície de área unitária perpendicular à direção do fluxo de calor, durante o ensaio, o equipamento leva em consideração a espessura da amostra, variação de temperatura entre as placas isotérmicas e o fluxo térmico sobre a amostra.

Estas medidas foram efetuadas em parceria com o laboratório de engenharia civil da UNIPAMPA (Figura 3.5), por meio de um equipamento LaserComp modelo FOX 304, o qual permite a aferição da condutividade térmica na faixa de temperatura de -20 a 75 °C com precisão de $\pm 0,01$ °C, usando amostras prismáticas de 150 mm x 150 mm x 30 mm.



Figura 3.5 – Equipamento LaserComp modelo FOX 304 para análise de condutividade térmica [121].

Para a realização dos ensaios, as amostras foram posicionadas entre as placas isotérmicas superior e inferior com temperatura controlada. Definiu-se que a diferença de temperatura utilizada foi de 25 °C (ΔT , faixa de temperatura entre 10 e 35 °C). A condutividade térmica (k) foi mensurada através da diferença de temperatura, da espessura conhecida da amostra (L) e da potência em estado estacionário (Q) por área de contato da amostra (A) necessária para manter a diferença de temperatura, conforme indicado na Equação 3.10:

$$k = \frac{Q}{A} \cdot \frac{L}{\Delta T} \text{ (W/m.K)} \quad \text{Eq. (3.10)}$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Estabilização da espuma e caracterização das pastas geopoliméricas porosas

4.1.1 Estabilidade da espuma pré-formada

O impacto da incorporação de várias quantidades de goma xantana (GX) na mistura de água e agente espumante foi inicialmente investigado. O objetivo principal desta etapa foi aumentar a estabilidade da espuma pré-formada e mitigar o envelhecimento prematuro ao longo das etapas de processamento, moldagem e cura das amostras geopoliméricas. A Figura 4.1a-d mostra o comportamento dessas espumas, que foram preparadas e mantidas em béqueres de 1L por um período de 80 minutos. Vale ressaltar que a espuma sem a adição de GX (0%-peso) demonstrou drenagem rápida, resultando no acúmulo de líquido na base do recipiente após 2 minutos, evidenciando sua rápida desestabilização. Além disso, as medições revelaram uma expansão gradual do tamanho das bolhas presentes ao longo do tempo e uma redução significativa no volume da espuma nas condições examinadas (Figura 4.1a).

Esses fenômenos puderam ser mais bem controlados pela incorporação de pequenas quantidades (0,18 - 0,45%-peso) de goma xantana às misturas. Por exemplo, o acúmulo de líquido no fundo do béquer foi somente identificado após 26 e 42 minutos quando 0,18% e 0,25%-peso de goma xantana, respectivamente, estavam presentes nas soluções. Por outro lado, a espuma contendo 0,45%-p deste aditivo apresentou a maior resistência à drenagem, ocorrendo a desestabilização das bolhas somente após 115 minutos.

Estes resultados são consistentes com os relatados por Hajimohammadi et al. [19] e outros autores [17,122]. Com base nestes estudos, o aumento da viscosidade e da espessura dos filmes líquidos desempenha um papel importante na estabilização das bolhas de espuma. Notavelmente, a goma xantana serve tanto como agente espessante quanto gelificante, aumentando a viscosidade do líquido e expandindo a espessura da borda do filme líquido.

Como resultado, observou-se um prolongamento da vida útil da espuma ao incorporar este aditivo à solução líquida (Figura 4.1).

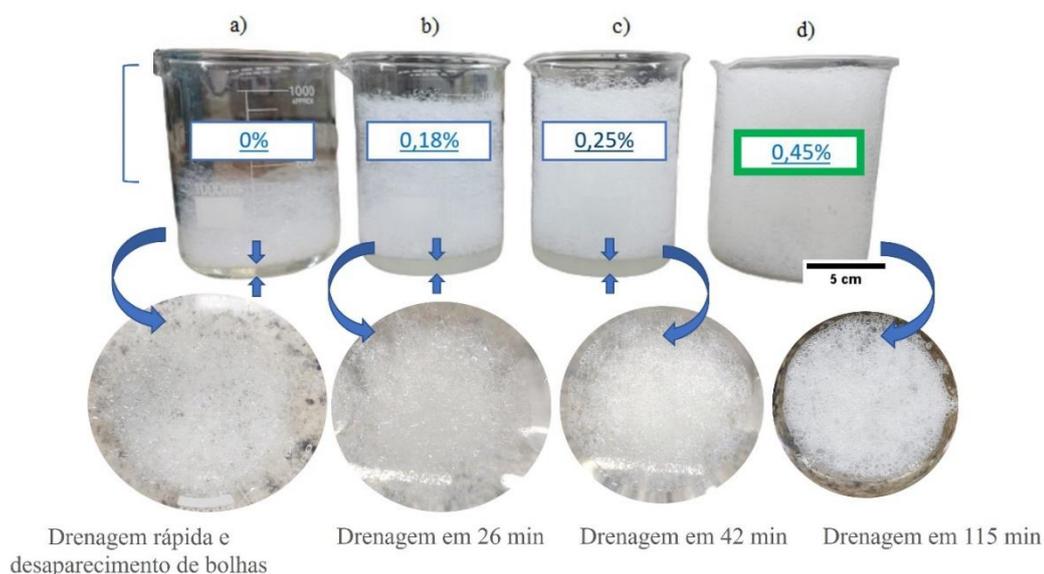


Figura 4.1 – Drenagem líquida das espumas preparadas após 80 minutos. Para aumentar a estabilidade da espuma, várias quantidades de goma xantana foram introduzidas na solução aquosa inicial: a) 0, b) 0,18, c) 0,25 e d) 0,45 (% em peso). Também são fornecidas imagens que ilustram as características das bolhas, com foco em apontar o início do fenômeno de drenagem.

Adicionalmente, considerando que o tempo de pega da pasta geopolimérica preparada foi de aproximadamente 102 minutos, medido em estudos anteriores [123,124], a espuma com maior estabilidade (contendo 0,45%-peso de GX) foi selecionada para a preparação dos geopolímeros porosos. A estabilidade da espuma desempenha um papel crítico para garantir a produção de corpos de prova com resistência mecânica adequada e melhor controle sobre a morfologia e distribuição de poros na microestrutura formada durante a etapa de cura [5,16,19].

A densidade da espuma permite a avaliação do seu teor de umidade e, embora exista uma faixa de valores recomendada pela ASTM C796-19 (0,03 a 0,065 g/cm³) são observados os mais variados valores na literatura [16,46,99].

Dessa forma, a manutenção de uma densidade de espuma de 0,109 g/cm³ com 0,45%-p de goma xantana resultou na otimização da estabilidade das bolhas.

4.1.2 Caracterização físico-mecânica das pastas geopoliméricas após incorporação da espuma pré-formada

A fluidez é um parâmetro importante, principalmente para materiais porosos, pois o comportamento auto escoante pode eliminar a necessidade de vibração durante o processo de conformação e facilitar a retenção de um maior número de bolhas na mistura [16,99,100]. Ao avaliar as características de fluidez das pastas geopoliméricas produzidas, observou-se que a composição de referência e aquelas contendo 5 ou 7,5%-p de espuma pré-formada apresentaram valores de fluidez em torno de 192,5 e 192,7 mm. Em contrapartida, a adição de 10%-p de espuma ao geopolímero introduziu um maior teor de líquido (originário da espuma) na mistura, resultando em um aumento no espalhamento em até 15% em comparação ao material de referência.

Em geral, as pastas geopoliméricas podem exibir um alto grau de fluidez (170-190 mm) [90,125] dependendo da proporção ligante-líquido empregada. No caso das composições porosas observa-se um incremento proporcional da fluidez à medida que o conteúdo de espuma aumenta, resultando em uma redução simultânea nos valores de densidade (variando de 280 a 430 mm para densidades de 0,42-0,51 g/cm³) [16]. Dada a consistência adequada alcançada nas pastas preparadas neste estudo, todas as amostras porosas analisadas puderam ser consolidadas sem necessidade de energia externa adicional ou qualquer forma de vibração.

A densidade aparente das composições é um parâmetro que pode ser avaliado no estado fresco, definido pela NBR 12644:2014 como a razão entre a massa do material leve no estado fresco contido em um recipiente cheio e o volume desse recipiente. Para amostras curadas, a densidade aparente oferece uma estimativa da quantidade de ar que foi incorporado e retido na estrutura até a solidificação das amostras [72]. A Figura 4.2a ilustra uma pequena redução nos valores de densidade aparente após o endurecimento em comparação com

aqueles obtidos no estado fresco. Além disso, consistente com os achados de outros estudos [72,101], o aumento da porosidade em relação à quantidade de espuma pré-formada adicionada à pasta geopolimérica (Figura 4.2b) levou a amostras com menor densidade (Figura 4.2a).

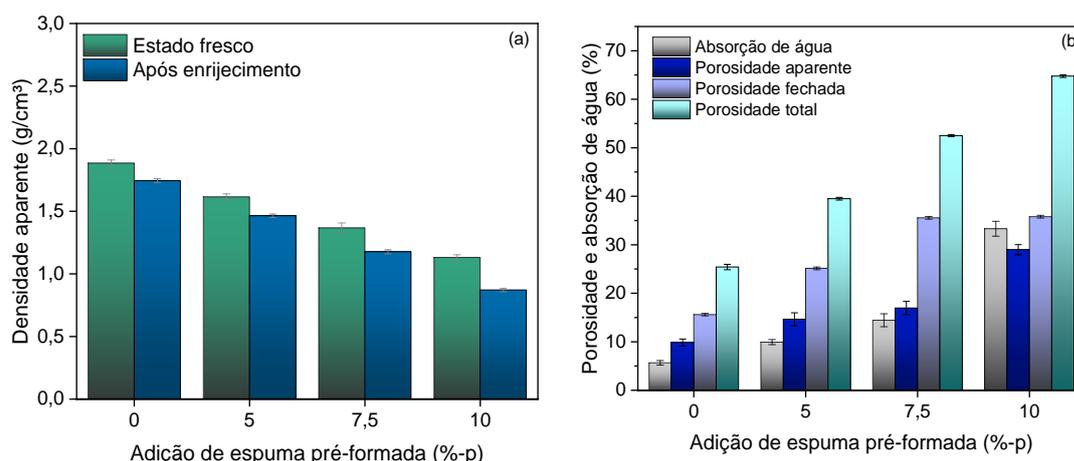


Figura 4.2 – (a) Densidade aparente e (b) porosidade (aparente, fechada e total) e absorção de água dos geopolímeros porosos contendo quantidades distintas de espuma pré-formada (0 a 10%-peso).

A porosidade aparente tem relação direta com a absorção de água das amostras [99,100], pois os poros abertos facilitam a migração do líquido para o interior dos corpos de prova (Figura 4.2b). Vale ressaltar que os geopolímeros porosos podem normalmente apresentar valores de absorção de água que variam de 30% a 90%, dependendo da densidade e da estrutura dos poros [90,99,100]. Nas condições aqui avaliadas foram observados valores de até 33,29% (10%-p de espuma) para esta propriedade. Além disso, é evidente que poros fechados estão presentes em quantidades significativas na microestrutura das amostras testadas, visto que foram obtidos valores de porosidade total de até 64,78% para a pasta contendo 10%-p de espuma.

Ressalta-se ainda que a baixa densidade do geopolímero poroso produzido com 15%-p de espuma impossibilitou a realização da pesagem hidrostática para determinação da densidade aparente após enrijecimento e porosidade dos corpos de prova desta composição.

Dois testes mecânicos distintos, especificamente compressão uniaxial e flexão em três pontos, foram realizados para avaliar as propriedades das formulações investigadas. A Figura 4.3a mostra os resultados das amostras submetidas a um período de cura de 24 horas a 40°C. Como esperado, a matriz geopolimérica de referência (isenta de espuma) apresentou notável resistência mecânica. No entanto, um declínio contínuo e substancial tanto na resistência à compressão (diminuindo de 33,11 para 1,33 MPa) quanto na resistência à flexão (reduzindo de 7,80 para 0,53 MPa) foi evidenciado à medida que a espuma foi gradualmente introduzida nas misturas. Este comportamento está associado ao aumento de vazios na microestrutura (conforme indicado na Figura 4.2b), resultando em uma redução do volume do gel, caracterizado por ligações robustas do tipo Si-O-Si, dentro da matriz geopolimérica. É pertinente notar que tendências análogas de redução da resistência mecânica foram documentadas por outros pesquisadores em sistemas produzidos através da técnica de incorporação de espuma, particularmente no domínio de geopolímeros porosos [16,19,107,125].

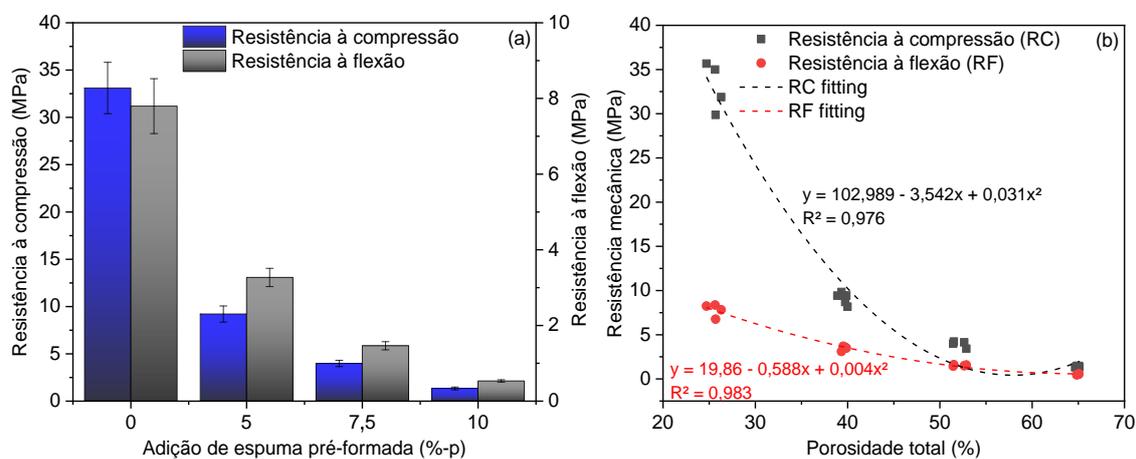


Figura 4.3 – (a) Resistência à compressão e à flexão (3 pontos) dos geopolímeros porosos contendo quantidades distintas de espuma pré-formada (0 a 10%-peso) e (b) relação entre resistência mecânica e porosidade total dos corpos de prova.

A fim de se identificar a relação entre a resistência mecânica e o teor de porosidade das amostras, a Figura 4.3b apresenta os valores de resistência à

compressão e à flexão obtidos para cada amostra analisada juntamente com seus correspondentes níveis de porosidade total. É evidente que há uma diminuição substancial na resistência mecânica à medida que a porosidade total aumenta, consistente com os dados apresentados por [15,82,126,127]. Dentre os possíveis ajustes matemáticos que mais se aproximaram do comportamento observado na Figura 4.3b, as equações polinomiais mostraram-se as mais adequadas, gerando valores de R^2 mais próximos da unidade.

A rigidez dos geopolímeros preparados também foi afetada pelo teor de porosidade e pelo volume de gel resultante. As amostras apresentaram valores de módulo de elasticidade (E) variando de 9,46 a 10,53 GPa (0 %-p), 4,45 a 5,09 GPa (5 %-p), 1,81 a 1,95 GPa (7,5 %-p) e 0,92 a 1,03 GPa (10 %-p de espuma) entre 1 e 28 dias após o processo de cura, como mostrado na Tabela 4.1. Outros pesquisadores [108,109,128] relataram valores de E variando de 0,1 a 7,4 GPa para geopolímeros porosos com densidades variando de 0,25 a 1,8 g/cm³. Essas descobertas estão alinhadas com os resultados apresentados neste estudo. Não foi possível determinar o módulo elástico das amostras preparadas com a incorporação de 15%-p de espuma devido a fragilidade deste material e ao limite de detecção do sinal medido pelo equipamento utilizado.

Tabela 4.1 – Análise da evolução do módulo de elasticidade até 28 dias de idade

Adição de espuma	Módulo elástico (GPa)					Incremento final (GPa)
	1 dia	4 dias	12 dias	16 dias	28 dias	
0,00%	9,37	9,63	9,86	10	10,44	1,07
5,00%	3,86	3,93	4,21	4,29	4,45	0,59
7,50%	1,67	1,74	1,81	1,81	1,81	0,14
10,00%	0,81	0,87	0,92	0,92	0,92	0,11
15,00%			-			-

4.1.3 Características mineralógicas e microestruturais das amostras

O espectro ATR-FTIR obtido para a solução alcalina projetada está em sintonia com os dados relatados para outros reagentes preparados usando nano sílica e hidróxidos alcalinos (por exemplo, NaOH, KOH ou NaOH-KOH) [129,130]. A Figura 4.4a revela bandas distintas correspondentes a ligações OH

(em 3301 cm^{-1} e 1643 cm^{-1}) e ligações Si-O-Si (em 980 cm^{-1} e 432 cm^{-1}) [126], indicando a presença de água e espécies de sílica dissolvidas na solução, respectivamente. Essas características, em conjunto com a natureza altamente alcalina (pH $\sim 13-14$), facilitaram o aumento da interação química entre este líquido e o metacaulim. A formação de produtos de policondensação durante o processo de cura a 40°C pode ser atribuída principalmente ao deslocamento de bandas associadas às ligações T-O-T (T = Si ou Al) de sua posição inicial em 1043 cm^{-1} (como visto no espectro do metacaulim, Figura 4.4a) para uma região de comprimento de onda mais longo no espectro da pasta geopolimérica (manifestando-se como uma banda em 971 cm^{-1}) [127]. Consequentemente, o geopolímero exibiu bandas correspondentes às ligações Al-O-Al e Si-O-Si na faixa de comprimento de onda de $800-400\text{ cm}^{-1}$ [131]. Além disso, a banda identificada a 1394 cm^{-1} na pasta geopolimérica está relacionada a ligações do tipo C-O, podendo indicar uma possível tendência a carbonatação da composição elaborada.

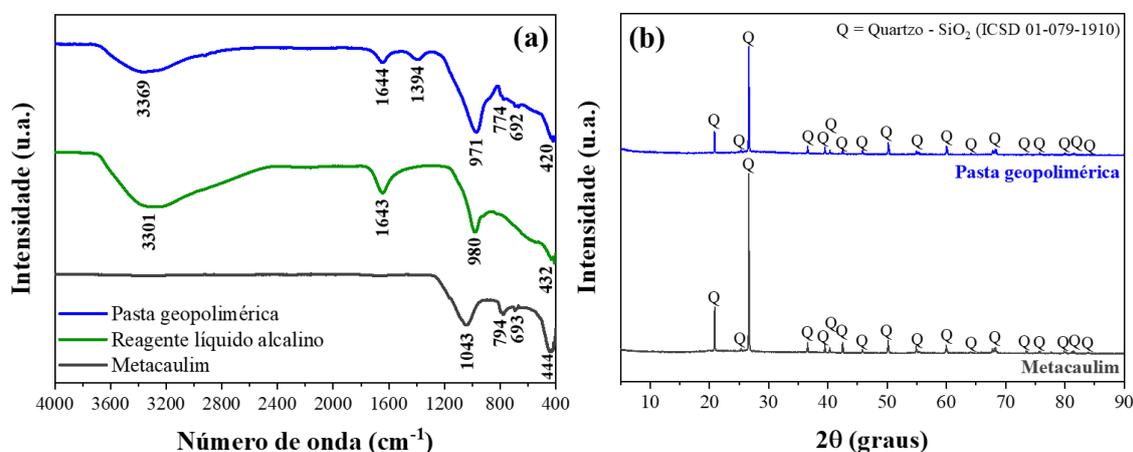


Figura 4.4 – (a) Espectros ATR-FTIR e (b) difratogramas de raios X do metacaulim, reagente líquido alcalino e/ou pasta geopolimérica avaliados neste estudo.

Os perfis de difração do metacaulim e da pasta (Figura 4.4b) apresentam picos cristalinos intensos da fase quartzo. Todavia os dados de FTIR indicam que há indícios da formação do geopolímero (fase amorfa).

A microestrutura das pastas produzidas também foi examinada com o uso de microscopia eletrônica de varredura. Conforme mostrado na Figura 4.5a, o geopolímero preparado sem espuma (0%-p) exibiu poros com diâmetro médio (d_{50}) de 125 μm (Tabela 4.2). Estes poros contidos na pasta sem adição de espuma são atribuídos principalmente ao aprisionamento de bolhas de ar que não foram removidas durante a preparação da amostra, provavelmente devido à vibração insuficiente.

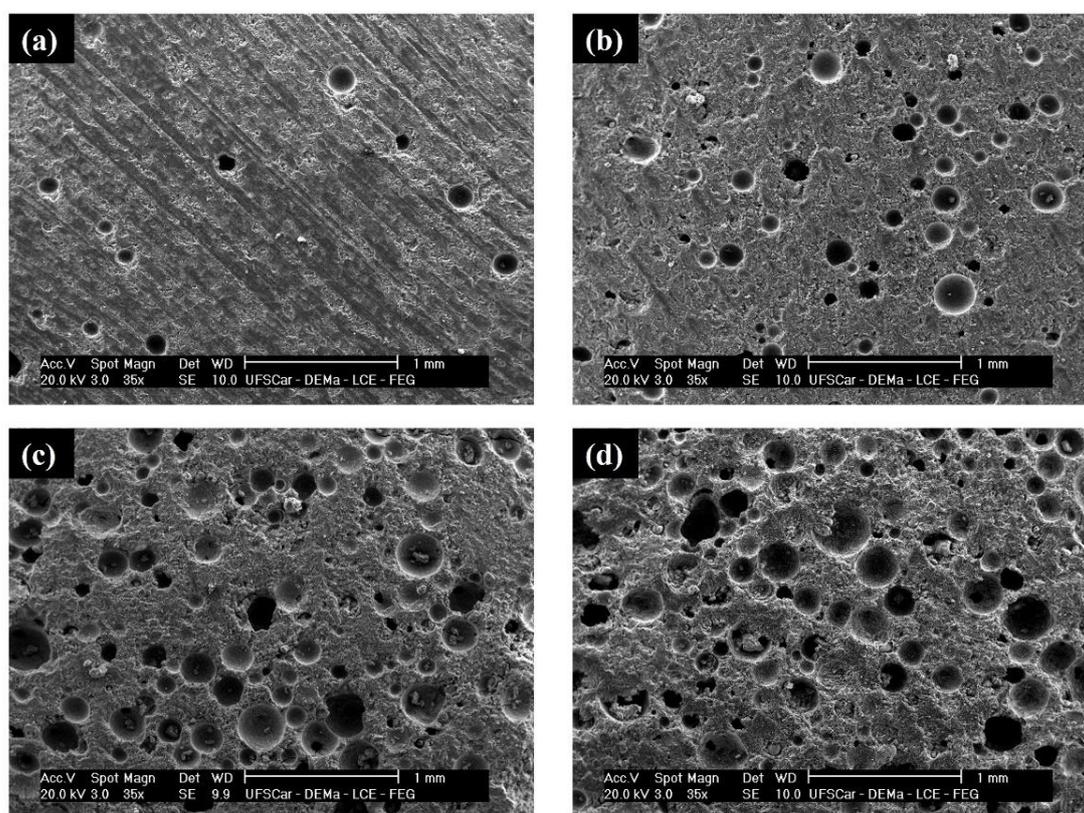


Figura 4.5 – Imagens de MEV dos geopolímeros preparados contendo (a) 0 (b) 5 (c) 7,5 ou (d) 10 (%-p) de espuma. As amostras foram curadas a 40°C por 24 horas antes dos ensaios.

As micrografias apresentadas nas Figuras 4.5b-d ressaltam os benefícios potenciais da incorporação de espuma úmida para otimizar a microestrutura de geopolímeros porosos. Um aumento significativo na quantidade e distribuição de poros foi evidenciado à medida que foram introduzidos maiores teores de espuma. Conseqüentemente, estas composições produziram poros com valores

de d_{50} de 99 μm , 137 μm e 136 μm para amostras contendo 5, 7,5 e 10%-p de espuma, respectivamente (conforme detalhado na Tabela 4.2). Além disso, foi observado um maior número de poros interligados na superfície e de formato irregular, particularmente perceptíveis na composição contendo o maior teor de espuma testado. Tais descobertas estão de acordo com os maiores valores de absorção de água e porosidade aparente representados na Figura 4.2b para esta composição específica.

Tabela 4.2 – Características dos poros contidos nas amostras obtidas após cura a 40°C por 24h.

Teor de espuma (%-p)	Dados obtidos das fotos de MEV das pastas			
	Número de poros analisados	d_{\min} (μm)	d_{50} (μm)	d_{\max} (μm)
0	48	29,0	125,0	370,0
5,0	300	22,0	99,0	286,0
7,5	422	32,0	137,0	424,0
10,0	439	17,0	136,0	592,0

4.1.4 Permeabilidade das pastas produzidas

As características dos poros presentes em materiais porosos afetam a maneira como um fluido interage com a microestrutura. Por exemplo, em baixas velocidades do fluido, o mecanismo primário de dissipação de energia é a transferência de energia do fluido para as paredes dos poros através de uma simples ação viscosa (fricção do fluido). A perda de energia, neste caso, pode ser claramente representada pelo termo linear na Equação 3.9. No entanto, à medida que a velocidade do fluido aumenta, os intrincados contornos, constrições e expansões dentro dos canais de fluxo, característicos da morfologia dos poros, dão origem a padrões de fluxo secundário e perturbações nos campos de pressão e velocidade em escala microscópica. Essas nuances amplificam a dissipação de energia devido ao atrito do fluido. Conseqüentemente, esta elevada perda de energia resulta num aumento não linear na queda de pressão, conforme representado pelo termo quadrático na equação de Forchheimer (Equação 3.9). Este comportamento não linear, muitas

vezes denominado efeito inercial, persiste mesmo dentro do regime de fluxo laminar e não está inerentemente ligado à turbulência [132]. Portanto, estabelecer coeficientes Darciano (k_1) e não Darciano (k_2) é imperativo para obter informações mais precisas sobre as características abrangentes dos poros contidos nos geopolímeros preparados.

A Figura 4.6 apresenta um mapa de perfil de permeabilidade com diversos tipos de materiais cerâmicos porosos [133], incluindo os dados dos coeficientes k_1 e k_2 das pastas geopoliméricas analisadas. Fica evidente a tendência característica de proporcionalidade observada em materiais porosos, alinhando suas posições no mapa com regiões características para pastas cimentícias.

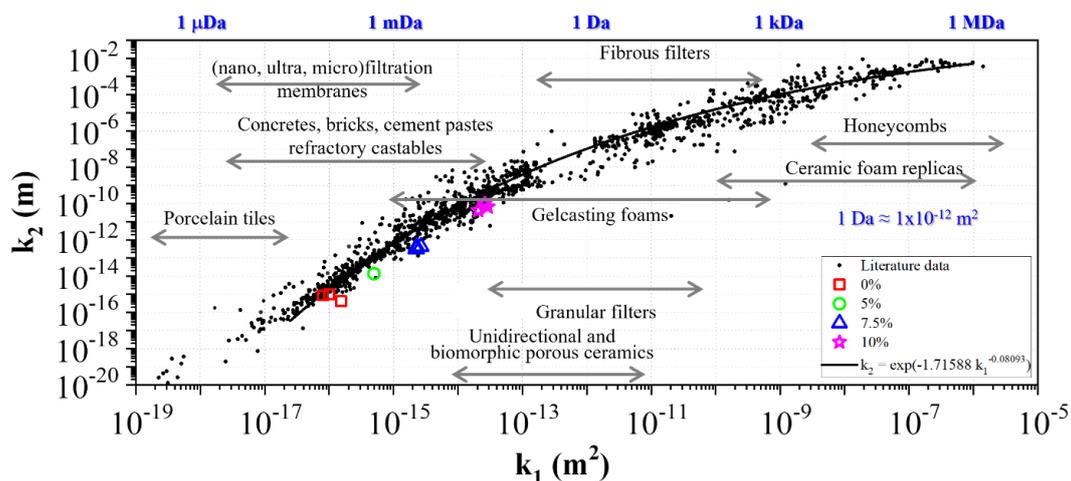


Figura 4.6 – Mapa de permeabilidade e comparação dos valores de k_1 e k_2 medidos dos geopolímeros porosos (contendo 0-10%-peso de espuma pré-formada) com materiais distintos.

Os geopolímeros analisados tornaram-se cada vez mais permeáveis com maiores níveis de espuma incorporada nas pastas, resultando em um aumento significativo (até duas ordens de grandeza) nos valores de k_1 : $1,12 \times 10^{-16} \text{ m}^2$ (0%) < $4,98 \times 10^{-16} \text{ m}^2$ (5%), $2,41 \times 10^{-15} \text{ m}^2$ (7,5%) e $2,52 \times 10^{-14} \text{ m}^2$ (10%-p de espuma). Estas descobertas indicam que a presença de macroporos e canais interligados dentro de várias regiões da microestrutura (coerente com o aumento da porosidade aparente obtida), cada uma com gradientes de porosidade variados, reduziu a área de contato entre o fluido e o meio poroso, aliviando assim os

efeitos associados à resistência ao fluxo de ar através das amostras examinadas [119,134]. Como resultado, a baixa (ou ausente) tortuosidade nas interconexões geradas diminuiu os efeitos cinéticos durante a percolação do fluido pressurizado através da microestrutura geopolimérica. Este fenômeno foi ainda corroborado pelo aumento significativo nos valores de k_2 em função do teor de espuma ($7,43 \times 10^{-16}$ m, $1,36 \times 10^{-14}$ m, $3,77 \times 10^{-13}$ m, e $6,87 \times 10^{-11}$ m para amostras contendo 0, 5, 7,5 e 10%-p de espuma, respectivamente).

Tendo em vista os dados apresentados até aqui, a pasta geopolimérica porosa contendo 7,5%-p de espuma pré-formada se mostrou a mais promissora apresentando uma baixa densidade ($1,18 \text{ g/cm}^3$), alta porosidade (52,5%), baixa absorção de água (14,4%) e resistência à compressão adequada (3,98 MPa), garantindo o seu uso como componente de vedação ou material de isolamento térmico. Entretanto, sabendo da maior possibilidade de fissuração por retração do ligante, se faz necessário a adição de outros componentes. No entanto, destaca-se que a adição de outros materiais na composição induz a necessidade de novos ajustes e, ainda, a preparação de uma composição cimentícia se faz também necessária para a comparação com os sistemas geopoliméricos.

4.2 Formulação e caracterização das argamassas cimentícias e geopoliméricas com e sem adição de espuma

4.2.1 Determinação das composições de referência

Inicialmente foi realizada uma triagem para a determinação da argamassa cimentícia de referência, considerando como parâmetros variáveis o teor de ligante (27, 35 e 40%-p) e a relação água/cimento (a/c variando de 0,5, 0,4, 0,38 e 0,35) a ser empregada. Para isso, a seleção da composição mais promissora foi conduzida baseando-se nos valores das medidas de resistência à compressão destes materiais.

Para a preparação da argamassa à base de cimento Portland (OPCM), o cimento CP V-ARI e as duas frações de areia normal brasileira (na proporção 1:1) foram utilizados. Além disso, cerca de 0,2%p de um aditivo dispersante foi

incorporado às composições na etapa de mistura para possibilitar melhor trabalhabilidade e dispersão dos componentes finos.

A Figura 4.7 apresenta os dados obtidos, onde OPCM27-05 representa uma argamassa contendo um teor de 27%-p de ligante e relação a/c de 0,5. Pode-se observar que o aumento do teor de ligante (de 27 até 40%-p) melhorou a resistência à compressão e a otimização desta propriedade ainda foi possível a medida que se reduziu o teor de líquido empregado (a/c variando de 0,4 para 0,35 nas misturas que continham 40%-p de ligante, Figura 4.7a). Efetivamente, o aumento do teor de ligante tem um efeito notório no ganho de resistência mecânica das amostras, devido a precipitação de maiores teores de fases hidratadas na microestrutura. Porém, o incremento na quantidade de partículas finas das composições iniciais, as quais eram provenientes do cimento, pode também favorecer o melhor empacotamento das misturas (melhor proporção entre componentes contendo diferentes tamanhos, como observado no software EMMA – resultados mostrados no Apêndice A).

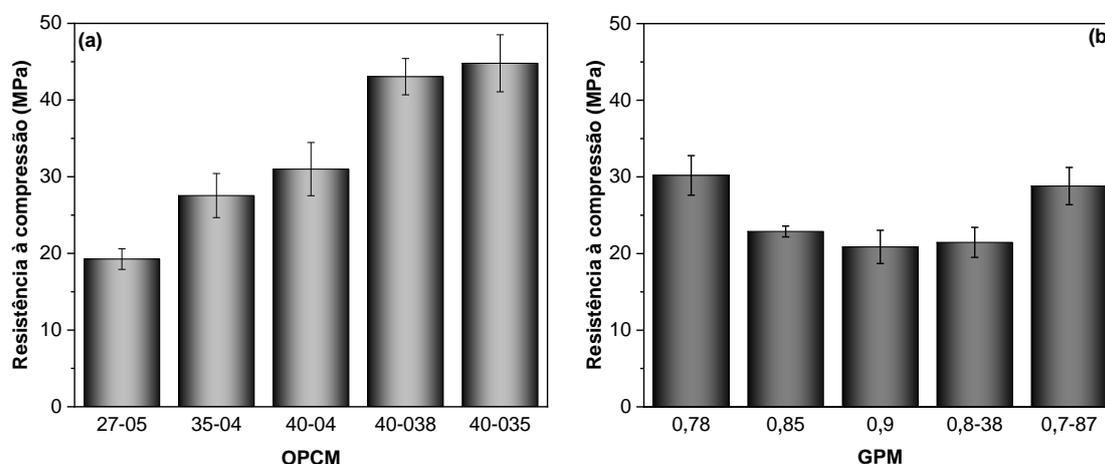


Figura 4.7 – Resistência à compressão das: (a) argamassas cimentícias (OPCM) contendo diferentes teores de ligante e relações a/c; e (b) argamassas geopoliméricas (GPM) preparadas com diferentes relações solução/precursor (0,7-0,9) e adição de água (água/precursor = 0,038 ou 0,087). As amostras analisadas foram obtidas após a etapa de cura a 40 °C por 72 h.

Composições com adequado ajuste granulométrico podem favorecer a redução da quantidade de água necessária para seu processamento e, uma vez

que a relação a/c é inversamente proporcional a resistência à compressão [135–137], a otimização da resistência mecânica pode ser obtida a partir dos ajustes destes parâmetros. Apesar do melhor desempenho mecânica exibido por OPCM40-035, a matriz cimentícia OPCM40-038 foi escolhida para as próximas etapas do estudo, devido sua fluidez (82,2%) permitir melhor incorporação de espuma.

Baseando-se no comportamento da argamassa OPCM40-038, a definição da argamassa à base de geopolímero (GPM) de referência procedeu com a escolha do teor de ligante em 40%-p (mantendo relação areia/ligante = 1,5), variação da relação solução/precursor (0,7-0,9) e da adição de água (água/precursor = 0,038 ou 0,087), visando obter misturas com uma consistência próxima à da referência cimentícia e resistência à compressão adequada.

A Figura 4.7b indica que o aumento do teor de solução alcalina levou a queda da resistência mecânica das amostras. Tal comportamento pode ser justificado pela mudança na estequiometria do ligante geopolimérico [12,61,62,138], levando a mudança das relações molares dos óxidos que são importantes para a formação das cadeias geopoliméricas, e maior presença de sódio livre. Durante o processamento das misturas, a adição de pequenos teores de água adicional foi necessária para melhorar a trabalhabilidade das argamassas. Determinou-se que a composição GPM0,7-87 foi a mais promissora por apresentar uma resistência à compressão de 28,8 MPa após cura, sendo este valor menor do que OPCM40-038, mas ainda sim próximo ao obtido para a pasta geopolimérica inicial (de 33,11 MPa, como mostrado na Figura 4.3a).

4.2.2 *Análise das fases e ligações presentes na argamassa cimentícia*

Nos materiais cimentícios, a análise de FTIR é normalmente usada para detectar hidratos, compreender as moléculas individuais e evidenciar a presença de grupos funcionais. Observando o espectro correspondente a OPCM40-038 (a partir deste momento ela será chamada apenas de OPCM) na Figura 4.8a, as bandas localizadas em comprimentos de onda acima de 1600 cm^{-1} correspondem as frequências vibracionais da água [139,140], onde 3401 cm^{-1} e

1644 cm^{-1} podem ser atribuídas à frequência vibracional de estiramento de moléculas de OH ligadas a hidrogênio (H_2O) [141,142], enquanto a fase portlandita (CH) está associada ao pico presente em 3641 cm^{-1} [142,143]. A banda de absorção em 1417 cm^{-1} é um indicativo da reação da fase CH com o CO_2 que leva a formação do carbonato de cálcio (CaCO_3) [141,144]. Porém, não houve constatação visual da presença de cristais desta fase na superfície das amostras com a evolução da idade destes materiais. Já a banda identificada em 1105 cm^{-1} , corresponde a região do sulfato (1100-1165 cm^{-1}) oriundo do gesso que participa da hidratação do cimento e pode indicar presença de etringita [140]. Por fim, as bandas observadas na região de 1000-400 cm^{-1} são predominantemente relacionadas ao silício e oxigênio (Si-O), sendo o pico em 955 cm^{-1} relacionado à frequência vibracional de estiramento de Si-O-Si indicativa da formação de silicato de cálcio hidratado [142,145].

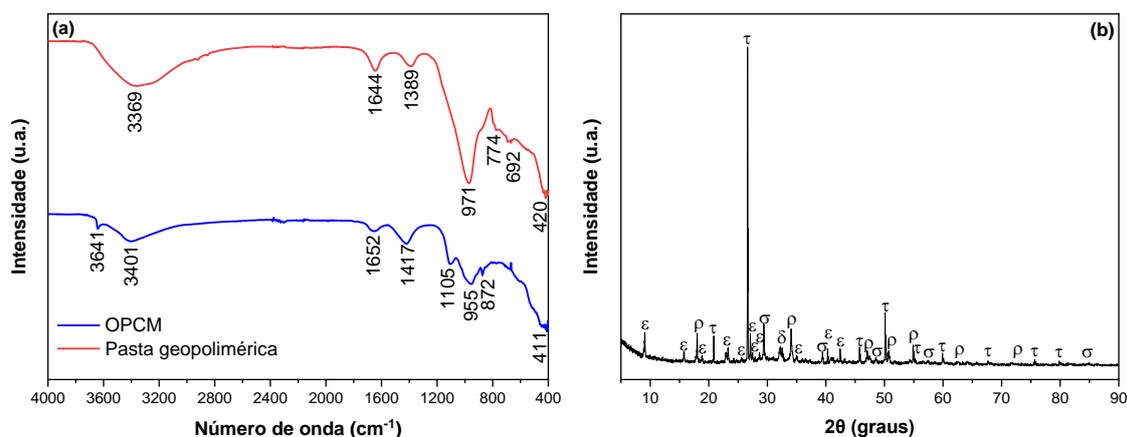


Figura 4.8 – (a) Espectros ATR-FTIR e (b) resultado de difração de raios X da argamassa cimentícia (OPCM) após etapa de cura a 40 °C por 72 h. As seguintes fases foram identificadas: ϵ = Etringita - $\text{Ca}_6(\text{Al}(\text{OH})_6)_2(\text{SO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_{26}$ (ICSD 01-072-0646), ρ = Hidróxido de Cálcio, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (ICSD 01-084-1265), τ = Quartzo alpha, SiO_2 (ICSD 01-078-1252), σ = Calcita, $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ (ICSD 01-081-2027) e δ = Silicato de Cálcio, Ca_2SiO_4 (ICSD 00-023-1043).

Os resultados de FTIR estão em sintonia com os dados coletados na análise de DRX (Figura 4.8b). Para a argamassa à base de cimento tradicional, verificou-se a formação de produtos cristalinos típicos (etringita, hidróxido de

cálcio, calcita e silicato de cálcio) oriundos dos componentes de formação do OPC após o processo de hidratação, além do quartzo alpha proveniente da areia utilizada.

4.2.3 *Análise das propriedades físico-mecânicas*

Após a definição das matrizes de referência realizou-se a incorporação da espuma pré-formada contendo goma xantana (teor de 0,45%-p). Sabendo da faixa de valores recomendada pela ASTM C796-19 (0,03 a 0,065 g/cm³), fez-se um ajuste no gerador de espuma para que a densidade da espuma fosse mantida em 0,0588 g/cm³ para garantir a reprodutibilidade das amostras e atender a norma.

Visando uma comparação justa entre os sistemas estudados, durante a produção das argamassas porosas decidiu-se por incorporar diferentes teores de espuma pré-formada as composições cimentícias ou geopoliméricas, para que fosse possível a obtenção de corpos de prova com densidades aparentes (enrijecidas) semelhantes. A densidade aparente das OPCM enrijecidas, contendo 0, 3, 5 e 7%-p de espuma foram de 2,11, 1,37, 1,28 e 1,21 g/cm³, respectivamente, enquanto as GPM com 0, 13, 15 e 17%-p apresentaram valores de 1,89, 1,33, 1,24 e 1,17 g/cm³, respectivamente, evidenciando que houve uma redução de densidade de 42,65% para OPCM-7% e 37,57% para GPM-17% quando comparados com as composições de referência (sem espuma = 0%, Figura 4.9a).

As OPCM contendo espuma ainda exibiram densidade no estado fresco igual ou ligeiramente superior ao estado enrijecido (Figura 4.9a), o que pode estar associado a desestabilização das bolhas e perda de poros na microestrutura durante a cura. Por sua vez, as GPM porosas apresentaram uma redução de densidade após enrijecimento, assim como nas pastas (Figura 4.2b), demonstrando que houve uma maior estabilidade das bolhas quando presentes na matriz geopolimérica, garantindo a obtenção de corpos de prova de densidades aparente mais baixas [72,146].

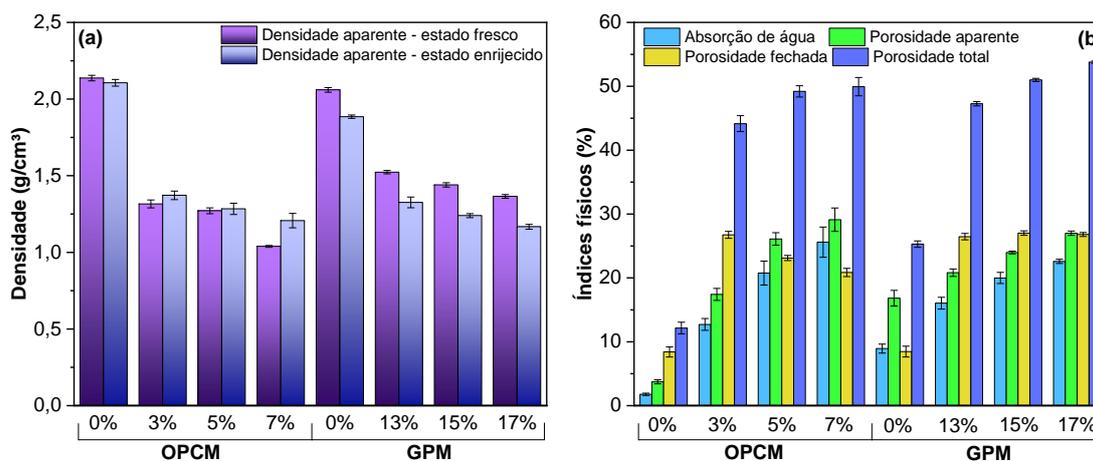


Figura 4.9 – (a) Densidade aparente, (b) porosidade (aparente, fechada e total) e absorção de água das argamassas porosas produzidas com diferentes teores de espuma pré-formada (0-7%-p para OPCM e 0-17%-p para GPM).

Sabendo-se que a absorção de água é um parâmetro importante no que tange a durabilidade de concretos porosos [147], tal propriedade foi analisada para as argamassas preparadas. Foi verificado na Figura 4.9b que as argamassas cimentícias exibiram um expressivo aumento na absorção de água, variando de 1,78% (0%) a 25,6% (7%-p de espuma), enquanto as geopoliméricas apresentaram valores iniciais maiores, partindo de 8,94% (referência), até atingir 22,59% com a adição de 17%-p de espuma. Destaca-se que os valores mensurados estão dentro do limite estipulado (8-22%) pela norma NBR 15270-2:2023 (com exceção de OPCM-7% e GPM-17%) e próximos aos dados reportados por outros autores na literatura [24,107].

No caso da porosidade aparente dos corpos de prova, observou-se que as GPM contendo 13, 15 e 17%-p de espuma continham volume de poros de 20,81, 23,98 e 26,99%, respectivamente, representando um incremento máximo de 60,37% desta propriedade em relação a matriz livre de espuma (16,83%, Figura 4.9b). Por outro lado, a porosidade aberta da argamassa contendo OPC variou de 3,74% a 29,11% (7%-p de espuma). Ainda, a porosidade fechada das OPCM contendo 0 e 3%-p espuma e GPM contendo 0 e 13%-p deste componente não apresentaram diferença significativa (\approx 8,44% e 26,6%, respectivamente). Todavia, as amostras geopoliméricas porosas apresentaram porosidade fechada maior (GPM-13 e 15%) ou igual (GPM-17%) a porosidade

aparente, enquanto o aumento da quantidade de espuma adicionada à matriz cimentícia levou ao aumento majoritário de poros abertos neste material (Figura 4.9b).

Por fim, a porosidade total (Figura 4.9b) das argamassas geopoliméricas porosas foi maior (53,80% para GPM-17%) do que as cimentícias (49,95% para OPCM-7%), sendo que os valores obtidos estão em sintonia com aqueles reportados para composições geopoliméricas porosas [107] ou cimentícias celulares desta mesma faixa de densidade [33]. Tais observações reforçam a possível maior estabilidade das bolhas incorporadas as composições ligadas com o geopolímero.

Fazendo um comparativo por meio de densidade aparente enrijecida, a GPM-17% é comparável com a pasta geopolimérica contendo 7,5%-p de espuma (Figura 4.2). Apesar de terem uma porosidade total similar, a distribuição de poros fechados e abertos foi diferente, tendo sido observado mais poros fechados na pasta geopolimérica e mais poros abertos na argamassa geopolimérica, fazendo com que esta (GPM-17%) apresentasse maior absorção de água (22,6% contra 14,5% para pasta).

Outro parâmetro influenciado pela porosidade da microestrutura é o módulo elástico (MOE), pois os vazios/defeitos presentes contribuem para a redução da rigidez e da resistência mecânica das argamassas. Evidenciou-se uma expressiva diminuição dos valores medidos de MOE para as amostras porosas (contendo espuma) em comparação com as composições de referência (sem espuma = 0%-p). Além disso, as argamassas cimentícias apresentavam valores de E predominantemente maiores quando comparados com os materiais ligados com geopolímeros, como apresentado na Figura 4.10.

A maior rigidez das matrizes à base de ligante cimentício (26,85, 7,22, 4,49 e 3,81 GPa para OPCM contendo 0, 3, 5 e 7%-p de espuma, respectivamente) pode ser justificada pelos mecanismos de hidratação do cimento Portland, dando origem a precipitação de fases cristalinas, como o hidróxido de cálcio = $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e a etringita = $\text{Ca}_6(\text{Al}(\text{OH})_6)_2(\text{SO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_{26}$ (Figura 4.8b), ou amorfas (gel) na microestrutura, as quais preenchem os vazios e resultam no aumento da coesão dos componentes presentes. Por outro lado, a

diferença do comportamento do MOE das argamassas geopoliméricas após cura (11,40, 1,83, 1,38 e 1,01 GPa para GPM contendo 0, 13, 15 e 17%-p de espuma, respectivamente) é atribuído aos diferentes produtos formados a partir da reação química entre materiais alcalinos e aluminossilicatos, resultando em compostos com características predominantemente amorfa ou semicristalina [37,135] e resultando em uma microestrutura menos rígida. Ainda, a composição geopolimérica sem espuma (0%-p) possui uma porosidade total ≈ 2 vezes maior do que a cimentícia (Figura 4.9b), o que também justifica este desempenho inferido.

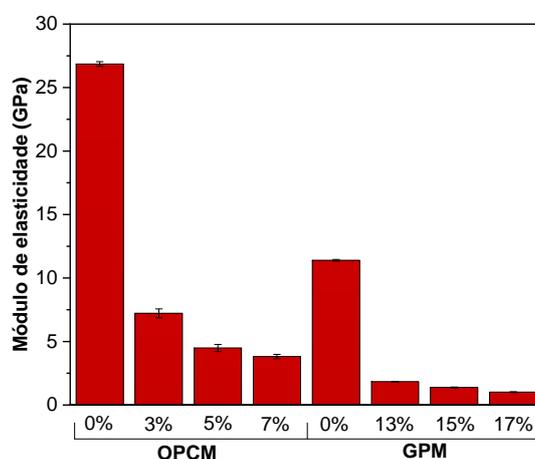


Figura 4.10 – Módulo de elasticidade dos corpos de prova obtidos após a etapa de cura a 40°C por 24h. OPCM = argamassa à base de cimento Portland e GPM = argamassa a base de geopolímero. Valores indicados no eixo x representam a quantidade de espuma incorporada às argamassas (%-p).

O comportamento mecânico (compressão uniaxial e flexão em 3 pontos) das argamassas avaliadas é apresentado na Figura 4.11. Sabe-se que a resistência a compressão de concretos porosos depende da matriz endurecida e das características e tamanho dos poros. Observou-se que, após a inserção da espuma nas composições estudadas e, tendo em vista as densidades aparentes similares das amostras produzidas (Figura 4.9a), a resistência à compressão das argamassas porosas produzidas foi bem semelhante, independentemente do ligante utilizado (Figura 4.11a). No caso dos corpos de prova de referência, havia sido identificado (Figura 4.7) que a resistência

compressiva da OPCM-0% (43,1 MPa) foi $\approx 1,5$ vezes maior que a da GPM-0% (28,8 MPa). Para as porosas, notou-se que há uma inversão de comportamento à medida que o teor de espuma incorporada aumenta, uma vez que OPCM-3% ($\approx 3,2$ MPa) > GPM-13% ($\approx 2,6$ MPa), OPCM-5% ($\approx 1,8$ MPa) \approx GPM-15% ($\approx 1,8$ MPa) e OPCM-7% ($\approx 0,8$ MPa) < GPM-17% ($\approx 1,0$ MPa). O que justifica a maior redução da resistência mecânica das amostras da matriz cimentícia é a soma de dois fatores: (i) a necessidade de um maior teor de líquido utilizado no processamento, proveniente da espuma úmida, e esta água atua criando mais vazios na estrutura porosa; e (ii) a maior presença de porosidade aberta (Figura 4.9b) que apresenta menor resistência que os poros fechados [19,135,136].

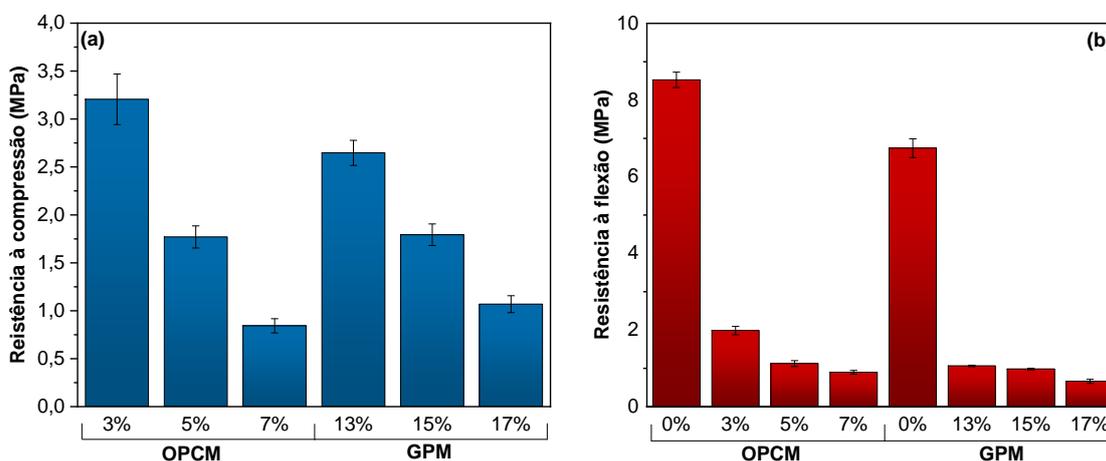


Figura 4.11 – a) Compressão uniaxial e b) flexão em três pontos das argamassas porosas produzidas com diferentes teores de espuma pré-formada (0-7%-p para OPCM e 0-17%-p para GPM). As amostras foram ensaiadas após cura a 40°C por 72h.

Diferente do que foi visto anteriormente, a resistência à flexão (Figura 4.11b) das argamassas cimentícias com e sem espuma foram um pouco superiores à das argamassas geopoliméricas. Esse comportamento pode estar associado a diferença na microestrutura (tamanho e distribuição dos poros) das composições. De maneira geral, apesar da queda acentuada da resistência mecânica dos corpos de prova preparados com um maior acréscimo de espuma pré-formada, os valores apresentados por ambas as argamassas porosas elaboradas com diferentes ligantes foram semelhantes aos reportados por outros

pesquisadores [34,89]. Os valores mensurados indicam que os materiais desenvolvidos podem ser utilizados em aplicações como tijolos, painéis resistentes ao fogo, material de enchimento, isolante térmico, dentre outros [89,148,149].

4.2.4 Características microestruturais

A microestrutura das argamassas cimentícias (OPCM-0, 5 e 7%-p) e geopoliméricas (GPM-0, 15 e 17%-p) foi examinada através da microscopia eletrônica de varredura. A partir das várias imagens coletadas, sendo que algumas delas estão apresentadas na Figura 4.12, pode-se determinar que as composições contendo diferentes ligantes e sem espuma apresentaram poros com diâmetro médio (d_{50}) de 128 μm (OPCM-0%-p) e 104 μm (GPM-0%-p), como indicado na Tabela 4.3. Para ambos os casos, os poros são resultado do aprisionamento de ar durante o processamento em alta rotação e que não foi removido após a moldagem sob vibração.

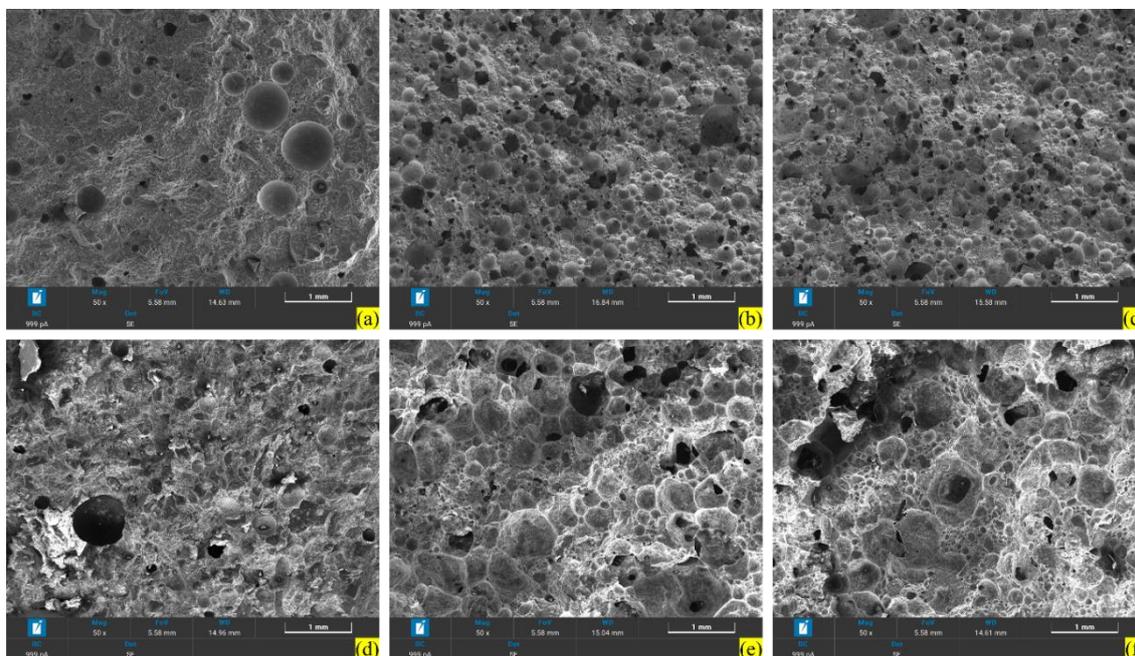


Figura 4.12 – Imagens de MEV das argamassas geopoliméricas e cimentícias contendo (a) 0%, (b) 15% (c), 17%-p e (d) 0%, (e) 5%, (f), 7%-p de espuma, respectivamente. As amostras foram previamente curadas a 40°C por 72 horas.

Tabela 4.3 – Características dos poros contidos nas amostras das argamassas obtidas após cura a 40°C por 72h.

Amostra	Teor de espuma (%-p)	Dados obtidos das fotos de MEV			
		Número de poros analisados	d_{min} (μm)	d_{50} (μm)	d_{max} (μm)
OPCM	0	150	23	128	856
	5	599	16	91	1394
	7	697	17	83	1031
GPM	0	184	19	104	1366
	15	976	24	116	725
	17	981	11	109	584

As micrografias apresentadas nas Figuras 4.12b e 4.12c exibem os poros gerados como resultado da crescente incorporação da espuma úmida na composição à base de geopolímero, resultando no aumento significativo na quantidade de vazios. Os poros identificados eram uniformes e bem distribuídos, com diâmetro médio (d_{50}) variando de 116 μm para GPM-15%-p e 109 μm para GPM-17%-p. É possível observar que, nas duas amostras, muitos poros possuem extremidades bem definidas e mantêm seu formato esférico, parâmetro importante para o melhor desempenho mecânico [150]. Tal fato corrobora com a maior estabilidade das bolhas de ar quando incorporadas à matriz geopolimérica, resultando em elevada porosidade fechada apresentada por estas composições quando comparadas as cimentícias contendo 5 e 7%-p de espuma.

No caso das amostras cimentícias porosas, as imagens (Figura 4.12e e 4.12f) evidenciaram a presença de poros maiores e coalescidos, porém ainda havia a presença de poros menores aglomerados, os quais podem ter contribuído para o comportamento da resistência à flexão (Figura 4.11b) e para a obtenção de valores de d_{50} menores (OPCM-5%-p = 91 μm e OPCM-7%-p = 83 μm , Tabela 4.2). Além disso, a quantidade de poros por área de análise é bem menor para as composições cimentícias do que nas amostras geopoliméricas porosas, sendo observados mais poros conectados e isto está de acordo com a maior absorção de água e porosidade aparente representados na Figura 4.9b. Por fim, o tamanho médio dos poros (d_{50}) das argamassas GPM

foram menores que aqueles medidos para as pastas porosas à base de geopolímero, onde foi identificado ainda um maior número de poros por área de micrografia analisada para as argamassas.

A Figura 4.13 apresenta os resultados da distribuição do tamanho dos poros com base na análise das imagens de MEV das argamassas geopoliméricas e cimentícias. Pode-se observar que os poros encontrados nas amostras endurecidas à base de geopolímero tem diâmetro menor que 400 μm , enquanto as cimentícias se concentraram em tamanhos menores que 600 μm . Além disso, fica evidenciado que, para as quatro composições analisadas, a porcentagem de poros inferiores a 150 μm é 65% e 70% para GPM contendo 15 e 17%-p de espuma respectivamente, e 70 e 79% para OPCM contendo 5 e 7%-p de espuma respectivamente.

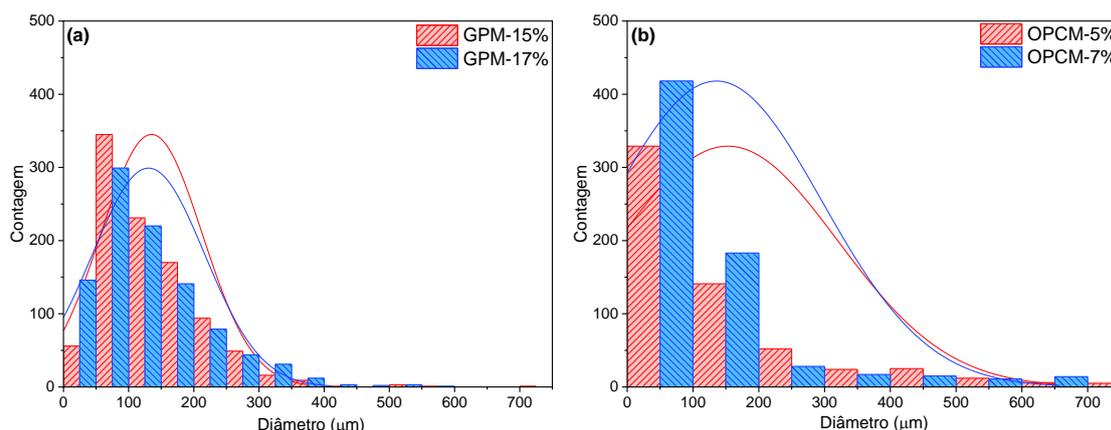


Figura 4.13 – Distribuição do tamanho dos poros das argamassas endurecidas.

Essa maior concentração de poros de menor diâmetro está de acordo com o relatado por Masi *et al.* [90], que afirma a possibilidade de obtenção de poros mais finos com a técnica de espuma pré-formada, quando comparada à outras técnicas de espumação. Os dados coletados estão em sintonia com as informações indicadas por outros estudos na literatura para argamassas geopoliméricas porosas [16,46,89]. Todavia, sabe-se que a comparação é difícil devido a diferenças em termos de precursor, ativadores, condições de processamento, dentre outras.

4.2.5 Comportamento de permeabilidade ao ar

A Figura 4.14 apresenta as constantes de permeabilidade k_1 e k_2 medidos das argamassas geopoliméricas e cimentícias porosas. É evidente que as constantes k_1 e k_2 das argamassas produzidas, contendo ou não a adição de espuma úmida, exibem a tendência característica de proporcionalidade observada em materiais cerâmicos porosos (Figura 4.6), onde GPM-0% se alinha com concretos/pastas cimentícias, enquanto OPCM-5%, GPM-15% e GPM-17% se alinham com a região de *gelcasting foams* e OPCM-7% da região de réplicas de espumas cerâmicas.

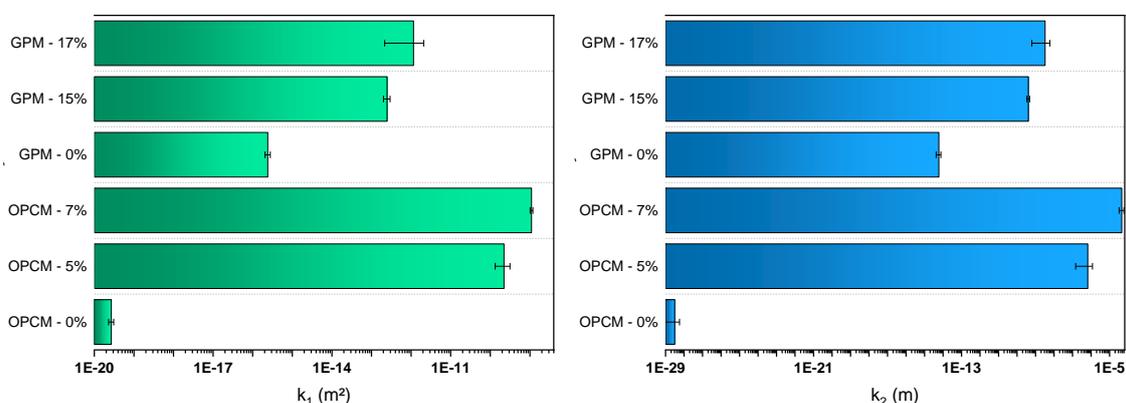


Figura 4.14 – Constantes de permeabilidade k_1 e k_2 medidos das argamassas geopoliméricas e cimentícias porosas (contendo, respectivamente, 0-17%-peso e 0-7%-peso de espuma pré-formada).

Observou-se que as amostras se tornaram cada vez mais permeáveis a partir do aumento do teor de espuma incorporado nas matrizes, independente do ligante utilizado. Para aquelas contendo cimento, identificou-se o aumento significativo (até onze ordens de grandeza) nos valores de k_1 : $2,69 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ (0%) < $2,23 \times 10^{-10} \text{ m}^2$ (5%) < $1,10 \times 10^{-9} \text{ m}^2$ (7%-p), enquanto a matriz à base de geopolímero teve um aumento de até quatro ordens de grandeza com k_1 : $2,41 \times 10^{-16} \text{ m}^2$ (0%) < $2,47 \times 10^{-13} \text{ m}^2$ (15%) < $1,16 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ (17%-p). É evidente que, ao comparar as matrizes sem espuma, a GPM-0% é mais permeável que a OPCM-0%, o que corrobora com a maior porosidade total apresentada pela matriz geopolimérica (Figura 4.9b) e, ainda, que a maior porosidade aberta nas amostras cimentícias resultou em uma grande diferença (quatro ordens de

grandeza) de permeabilidade Darciana quando inserido o teor máximo de espuma (OPCM- 7% e GPM-17%).

De maneira geral, estes resultados indicam que, assim como nas pastas geopoliméricas, as múltiplas regiões contendo macroporos e canais interligados na microestrutura contribuíram com a redução da área de contato fluido-meio poroso e, conseqüentemente, houve o alívio dos efeitos relacionados à resistência ao fluxo de ar no interior das amostras [119,134].

A baixa ou ausente tortuosidade dos canais formados pelos poros conectados, que diminuiu os efeitos cinéticos durante a percolação do ar pressurizado através da microestrutura, foi confirmada pelo aumento significativo dos valores de k_2 em função do aumento de espuma adicionada. Para as amostras cimentícias, a permeabilidade não-Darciana foi de $3,10 \times 10^{-29}$ m, $6,74 \times 10^{-7}$ m, $4,65 \times 10^{-5}$ m para as amostras contendo 0, 5 e 7%-p de espuma, respectivamente, enquanto as geopoliméricas foram de $5,96 \times 10^{-15}$ m, $4,11 \times 10^{-10}$ m e $3,30 \times 10^{-9}$ m para as amostras contendo 0, 15 e 17%-p de espuma, respectivamente.

Fazendo um comparativo entre as pastas e argamassas geopoliméricas porosas e as suas respectivas constantes k_1 e k_2 , evidencia-se que as argamassas foram mais permeáveis, com uma diferença de até 2 ordens de grandeza para k_1 e 3 ordens de grandeza para k_2 , o que é compreensível dada a maior presença de poros aparentes nas argamassas geopoliméricas.

4.2.6 Avaliação da condutividade térmica das argamassas porosas

A preocupação com materiais ecológicos na construção civil também se estende para a obtenção de componentes leves que garantam um desempenho térmico eficaz. Neste cenário, o concreto poroso possui um isolamento notório o que vem garantindo seu uso em edifícios [28,148]. Para avaliar as propriedades de isolamento térmico dos materiais de construção, são utilizados métodos de medição da condutividade térmica em temperaturas usuais de aplicação.

A Tabela 4.4 reúne alguns exemplos da literatura correlacionando o tipo de matriz (geopolimérico ou cimentício), o meio formador de poros, a densidade e a condutividade. Pode-se observar que há uma faixa característica de valores

de condutividade térmica em função da densidade dos materiais. Entretanto, esta propriedade é dependente de vários parâmetros, tais como o tamanho, formato e conectividade dos poros e da condutividade isolada dos materiais que a compõem a microestrutura (ligante e agregado) [89].

Tabela 4.4 – Densidade e condutividade térmica de argamassas cimentícias e geopoliméricas porosas.

Ref.	Materiais	Formação dos poros	Densidade (g/cm ³)	Condutividade térmica (W/mK)
[148]	Escória granulada de alto forno, cinza volante, areia fina, metassilicato de sódio	Espuma pré-formada	0,84	0,36
[151]	Escória granulada de alto forno, atapulgita, areia de diatomita, metassilicato de sódio	Espuma pré-formada	1,00-1,20	0,25-0,35
[152]	Escória granulada de alto forno, cinza volante, areia de rio, silicato e hidróxido de sódio	Espuma pré-formada	1,50-1,80	0,25-0,2
[89]	Escória granulada de alto forno, cinza volante, areia fina, metassilicato de sódio	Espuma pré-formada	0,60-1,20	0,18-0,71
[153]	Cinza volante, metacaulim, resíduo de construção e demolição, silicato e hidróxido de sódio.	Peróxido de hidrogênio	1,00-1,71	0,19-0,44
[154]	Metacaulim, areia fina, fibra de basalto, hidróxido de potássio e sílica ativa	Pó de alumínio	0,62-1,04	0,13-0,39
[34]	OPC-43, areia fina, água e goma xantana	Espuma pré-formada	0,83-1,46	0,32-0,74
[33]	Cimento Portland CP V ARI-RS, areia de rio, água e goma xantana	Espuma pré-formada	0,60-1,20	0,16-0,51
[155]	OPC Type I, areia fina e água	Espuma pré-formada	0,65-1,20	0,23-0,39
[156]	OPC Type II, sílica ativa, areia fina, super plastificante e fibra de polipropileno	Espuma pré-formada	1,40-2,00	0,63-0,89
Este estudo	Argamassas geopolimérica (metacaulim, hidróxido de sódio, sílicas coloidais) e cimentícia (Cimento Portland CP V ARI, água destilada) ambas contendo areia fina, dispersante e goma xantana (estabilizante da espuma)	Espuma pré-formada	1,24-1,28	0,29-0,34

Destaca-se que as argamassas sem adição de espuma deste estudo não foram avaliadas devido a limitação da faixa de leitura do equipamento disponível. Por esta razão, apenas as composições OPCM-5% e GPM-15% tiveram suas condutividades térmicas determinadas.

De maneira geral, os valores medidos para as argamassas avaliadas, 0,29 W/m.K para GPM-15% e 0,34 W/m.K para OPCM-5%, foram similares ou inferiores aos trabalhos listados na Tabela 4.4. Sabe-se que o concreto convencional (com densidade de 2,2 g/cm³) geralmente apresenta condutividade térmica da ordem de 1,6 W/m.K [156], enquanto uma argamassa geopolimérica (com densidade de 2,0 g/cm³) exibe valores de 1,1 W/m.K [89].

Na Tabela 4.4 também pode-se evidenciar que as matrizes cimentícias tendem a apresentar condutividades ligeiramente superiores quando comparadas às geopoliméricas. Tal observação também foi reportada no trabalho conduzido por Tukaziban *et al.* [157]. Esse comportamento se repetiu nas amostras aqui analisadas, com uma diferença de condutividade térmica de 14,7% entre as amostras de mesma densidade. A variação observada poderia estar associada ao fato de que a resistência ao transporte de calor ser mais eficaz em materiais com estrutura fundamentalmente amorfa/desordenada, como o geopolímero. Todavia, a falta de uma análise quantitativa para indicar o grau de amorfização torna incerta tal conclusão. Logo, a diferença observada pode ser apenas correlacionada a presença de poros fechados e mais finos que contribuem para reduzir a condutividade térmica dos materiais [72].

Ainda, os resultados aqui obtidos encontram-se dentro do valor estipulado pela NBR 15.575-1, a qual estipula um valor máximo de 1,75 W/mK para o desempenho de paredes externas e internas. Adicionalmente, a NBR 15.220-3 prevê que uma condutividade térmica máxima de 0,65 W/mK para blocos cerâmicos, podendo os materiais aqui desenvolvidos serem utilizados para esta aplicação.

4.3 Considerações finais: Pasta e argamassas porosas

Os tópicos anteriores trataram da extensa discussão das formulações elaboradas nesta pesquisa buscando compreender os limites e mudanças causadas pela inserção de espuma pré-formada na pasta, bem como a comparação entre o uso do ligante à base de geopolímero e cimento Portland em argamassas de densidades semelhantes. Vê-se necessária a síntese das

principais propriedades das composições ideais, sendo assim, a Tabela 4.5 contempla essas informações.

Tabela 4.5 – Composições ótimas de pasta e argamassas.

Composição	Densidade (g/cm ³)	Porosidade total (%)	Absorção de água (%)	Resistência à compressão (MPa)	d ₅₀ (μm)	Cond. Térmica (W/m.K)
GP-7,5%	1,18	52,50	14,4	3,98	137,00	-
GPM-15%	1,24	51,00	20,00	1,79	116,00	0,29
OPCM-5%	1,28	49,21	20,77	1,77	91,00	0,34

GP = Pasta Geopolimérica

Comparando as composições geopoliméricas, verificou-se níveis de porosidade total próximos, mas a pasta teve um melhor desempenho. Tal fato se deve a densidade menor desta última, associada a uma absorção de água inferior (correlacionada com sua menor permeabilidade ao ar) e resistência à compressão significativamente superior (cerca de 2,2 vezes). Todavia, o maior controle da distribuição e empacotamento de partículas na argamassa conferiu a esta um diâmetro médio de poros inferior ao da pasta.

5 CONCLUSÕES

Este estudo inicialmente explorou o processamento e as propriedades de pastas geopoliméricas porosas constituídas pela mistura de metacaulim com uma solução alcalina contendo nano-sílica e NaOH. Com base nos resultados coletados, a adição de 0,45%-peso de goma xantana à solução de água + agente espumante foi necessária durante a preparação da espuma, visando otimizar a estabilização das bolhas e gerar uma espuma com maior resistência à drenagem do filme líquido. Este fato desempenhou um papel importante na garantia do processamento adequado e na obtenção de poros pequenos e uniformemente distribuídos na microestrutura dos geopolímeros porosos resultantes.

A adição gradual de espuma pré-formada à pasta geopolimérica resultou em corpos de prova caracterizados por baixa densidade aparente, alta porosidade total (de 39,49% a 64,78%), baixo módulo de elasticidade por até 28 dias após a cura e reduzida resistência mecânica à compressão e à flexão. Além disso, a adição de 15% de espuma pré-formada ao geopolímero desenvolvido resultou em limitada resistência mecânica e coesão dos corpos de prova, o que impossibilitou até mesmo a determinação das propriedades para este sistema. As composições preparadas exibiram diâmetros médios de poro variando entre 99 e 137 μm e permeabilidade ao ar significativa, com constantes Darciana (k_1) e não-Darciana (k_2) variando de 5 a $252 \times 10^{-14} \text{ m}^2$ e 1,4 a $6.870 \times 10^{-14} \text{ m}$, respectivamente.

No caso das argamassas porosas contendo geopolímero ou cimento como ligantes e incorporando diferentes teores de espuma pré-formada, os resultados confirmaram a viabilidade da produção de tais materiais pela rota de processamento escolhida. Assim como para as pastas, foram obtidas amostras porosas com baixos valores de densidade aparente (variando de 2,11 a 1,18 g/cm^3) e sendo comparáveis entre os sistemas estudados, apesar da variação dos teores de espumas considerados para cada tipo de ligante. As argamassas ligadas com geopolímero e contendo de 13 a 17%-p de espuma apresentaram porosidade total (47,3-53,8%) maiores que as amostras contendo cimento Portland (44,2-49,9%), o que pode ser associado a maior estabilidade das bolhas quando inseridas na composição geopolimérica. No entanto, a maior presença

de poros abertos nas composições OPCM, conferiu um maior incremento da absorção de água destes materiais, variando de 1,78% (0%) a 25,6% (7%-p de espuma), enquanto a GPM exibiu absorção máxima de 22,6% (17%-p de espuma).

A alta porosidade dos corpos de prova produzidos contribuiu para a obtenção de argamassas com reduzida rigidez (26,9-3,8 GPa e 11,4-1,0 GPa), resistência à compressão (43,1-0,8 MPa e 28,8-1,1 MPa) e resistência à flexão (8,5-0,9 MPa e 6,7-0,7 MPa) para os sistemas OPCM-0 a 7% e GPM-0 a 17%, respectivamente, além da baixa condutividade térmica apresentada 0,29 W/mK para GPM-15% e 0,34 W/mK para OPCM-15%. As imagens de MEV das amostras preparadas, indicaram a presença de poros finos para ambas as composições com diferentes ligantes (entre 83 e 91 μm para as cimentícias e 109 e 116 μm para as geopoliméricas), tendo as GPM apresentado maior quantitativos de poros por área de análise e com 65 a 70% de poros menores que 150 μm . Além disso, essa microestrutura garantiu que as argamassas geopoliméricas e cimentícias apresentassem elevada permeabilidade ao ar, assim como as pastas. Portanto, dado o desempenho apresentado pelas amostras contendo geopolímero como ligante, confirma-se o potencial das argamassas GPM em substituir aquelas contendo cimento Portland (OPCM). Apesar da baixa resistência, a baixa densidade e a porosidade engenheirada dos materiais contendo este ligante alternativo contribuiu para a obtenção de uma baixa condutividade térmica, possibilitando sua aplicação como materiais para preenchimento e isolamento térmico.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tem-se como sugestões para trabalhos futuros:

- Investigar matrizes geopoliméricas compostas pela combinação de diferentes resíduos industriais (tais como: lama vermelha, resíduo da produção de sulfato de alumínio, terras diatomáceas, escória granulada de alto forno, cinzas volantes, entre outras), visando obter propriedades similares ou superiores às dos geopolímeros preparados à base do tradicional metacaulim, dada a preocupação com o reaproveitamento de resíduos e a maior sustentabilidade;

- Comparar a estabilidade e o impacto nas propriedades de geopolímeros porosos obtidos por meio de agentes espumantes naturais, como fontes vegetais ricas em saponinas, aquafaba, entre outras.

- Estudar a interação entre a matriz geopolimérica e fibras naturais visando desenvolver compósitos com propriedades aprimoradas de isolamento térmico.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Sindicato Nacional da Indústria de Cimento (SNIC), Resultados preliminares de janeiro 2023, (n.d.). <http://snic.org.br/numeros-resultados-preliminares-ver.php?id=81¬icia=Resultados Preliminares de Janeiro 2023> (accessed February 27, 2023).
- [2] Global Cement and Concrete Association (GCCA), Global cement and concrete industry announces roadmap to achieve groundbreaking 'net zero' co2 emissions by 2050., (2021). <https://gccassociation.org/news/global-cement-and-concrete-industry-announces-roadmap-to-achieve-groundbreaking-net-zero-co2-emissions-by-2050/> (accessed February 27, 2023).
- [3] S. Supino, O. Malandrino, M. Testa, D. Sica, Sustainability in the EU cement industry: The Italian and German experiences, *J. Clean. Prod.* 112 (2016) 430–442. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.09.022>.
- [4] S. Licht, X. Liu, G. Licht, X. Wang, A. Swesi, Y. Chan, Amplified CO₂ reduction of greenhouse gas emissions with C₂CNT carbon nanotube composites, *Mater. Today Sustain.* 6 (2019) 100023. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2019.100023>.
- [5] A. ALNAHAL, M.F., KIM, T., HAJIMOHAMMADI, Evolution of flow properties, plastic viscosity, and yield stress of alkali-activated fly ash/slag pastes, *RILEM Tech. Lett.* (2020) 141–149. <https://doi.org/DOI:https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2020.123>.
- [6] P. Darvish, U.J. Alengaram, Y. Soon, S. Ibrahim, S. Yusoff, Performance evaluation of palm oil clinker sand as replacement for conventional sand in geopolymer mortar, *Constr. Build. Mater.* 258 (2020) 120352. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120352>.
- [7] J. Davidovits, Geopolymers: Inorganic polymeric new materials, *J. Therm. Anal.* 37 (1991) 1633–1656.
- [8] R.A.A.B. Santa, Síntese de geopolímeros a partir de cinzas pesadas e

- metacaulim para avaliação das propriedades de solidificação/imobilização de resíduos tóxicos, Universidade Federal de Santa Catarina, 2016.
- [9] B.P. Bezerra, A.P. Luz, Contextualização das particularidades de síntese e processamento de geopolímeros do sistema $\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Na}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O}$, in: 65 - 66º Congr. Bras. Cerâmica 06 a 09 Junho 2022, Águas Lindóia, SP, 2022.
- [10] M.S. Cilla, Highly porous geopolymers: effect of the processing route on the reached properties, Federal University of São Carlos, 2015.
- [11] J.L. Provis, Alkali-activated materials, *Cem. Concr. Res.* 114 (2018) 40–48. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.009>.
- [12] B.P. Bezerra, M.R. Morelli, A.P. Luz, Effect of reactive silica sources on the properties of Na-metakaolin-based geopolymer binder, *Constr. Build. Mater.* 364 (2023) 129989. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129989>.
- [13] N. Shehata, E.T. Sayed, M.A. Abdelkareem, Recent progress in environmentally friendly geopolymers: A review, *Sci. Total Environ.* 762 (2021) 143166. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143166>.
- [14] P.N. Lemougna, K. tuo Wang, Q. Tang, U.C. Melo, X. min Cui, Recent developments on inorganic polymers synthesis and applications, *Ceram. Int.* 42 (2016) 15142–15159. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.07.027>.
- [15] C. Bai, P. Colombo, Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A review, *Ceram. Int.* 44 (2018) 16103–16118. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.219>.
- [16] K. Dhasindrakrishna, K. Pasupathy, S. Ramakrishnan, J. Sanjayan, Effect of yield stress development on the foam-stability of aerated geopolymer concrete, *Cem. Concr. Res.* 138 (2020) 106233. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106233>.
- [17] J. Feng, R. Zhang, L. Gong, Y. Li, W. Cao, X. Cheng, Development of

- porous fly ash-based geopolymer with low thermal conductivity, *Mater. Des.* 65 (2015) 529–533. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.024>.
- [18] R.M. Novais, L.H. Buruberry, G. Ascensão, M.P. Seabra, J.A. Labrincha, Porous biomass fly ash-based geopolymers with tailored thermal conductivity, *J. Clean. Prod.* 119 (2016) 99–107. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.01.083>.
- [19] A. Hajimohammadi, T. Ngo, P. Mendis, Enhancing the strength of pre-made foams for foam concrete applications, *Cem. Concr. Compos.* 87 (2018) 164–171. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.12.014>.
- [20] V.F.F. Barbosa, K.J.D. MacKenzie, Synthesis and Thermal Behavior of Potassium Sialate Geopolymers, *Mater. Lett.* 57 (2003) 1477–1482.
- [21] J.C. Soares, J.S. Azeredo, D.P. Dias, Effect of temperature on metakaolin-quartz powder geopolymer binder with different combinations of silicates and hydroxides, *Case Stud. Constr. Mater.* 16 (2022) e00813.
- [22] M. Lizcano, H.S. Kim, S. Basu, M. Radovic, Mechanical properties of sodium and potassium activated metakaolin-based geopolymers, *J. Mater. Sci.* 47 (2012) 2607–2616.
- [23] P.C.C. Gomes, T.F.F. de Alencar, N.V. da Silva, K.A. de M. Moraes, S.C. Angulo, Obtenção de concreto leve utilizando agregados reciclados, *Ambient. Construído.* 15 (2015) 31–46. <https://doi.org/10.1590/s1678-86212015000300024>.
- [24] A. Bhosale, N.P. Zade, P. Sarkar, R. Davis, Mechanical and physical properties of cellular lightweight concrete block masonry, *Constr. Build. Mater.* 248 (2020) 118621. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118621>.
- [25] M. Elshahawi, A. Hückler, M. Schlaich, Infra lightweight concrete: A decade of investigation (a review), *Struct. Concr.* 22 (2021) E152–E168. <https://doi.org/10.1002/suco.202000206>.
- [26] Y.H.M. Amran, N. Farzadnia, A.A.A. Ali, Properties and applications of

- foamed concrete; A review, *Constr. Build. Mater.* 101 (2015) 990–1005. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.112>.
- [27] B. Tiwari, B. Ajmera, R. Maw, R. Cole, D. Villegas, P. Palmerson, Mechanical Properties of Lightweight Cellular Concrete for Geotechnical Applications, *J. Mater. Civ. Eng.* 29 (2017) 1–7. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0001885](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001885).
- [28] L. Chica, A. Alzate, Cellular concrete review: New trends for application in construction, *Constr. Build. Mater.* 200 (2019) 637–647. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.136>.
- [29] O.A.R. FERREIRA, *Concretos leves: concreto celular espumoso*, Universidade de São Paulo, 1986.
- [30] ASTM C796/C796M - 19, Standard test method for foaming agents for use in producing cellular concrete using preformed foam, in: 2019. <https://doi.org/10.1520/C0796>.
- [31] A. Raj, D. Sathyan, K.M. Mini, Physical and functional characteristics of foam concrete: A review, *Constr. Build. Mater.* 221 (2019) 787–799. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.052>.
- [32] C.A. de O. Silva, P.C.C. Gomes, T.M.G.V. Carnaúba, V.B. Falcão, F.D.A.V.B. Júnior, Influência do aditivo espumígeno na dosagem e nas propriedades do concreto celular aerado, *Rev. Mater.* 23 (2018). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620170001.0325>.
- [33] M.P. dos S. Grenzel, L.Y. dos S. Grenzel, B.S. Tamosso, F.B.P. da Costa, E. Marangon, Efeito da Goma Xantana como estabilizador da espuma em concretos celulares de diferentes densidades, *Matéria (Rio Janeiro)*. 28 (2023). <https://doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2023-0202>.
- [34] C.D. Wagh, I.S.R. Gandhi, Investigations on the performance of xanthan gum as a foam stabilizer and assessment of economic and environmental impacts of foam concrete production, *J. Build. Eng.* 82 (2024) 108286. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2023.108286>.

- [35] D. Falliano, L. Restuccia, G.A. Ferro, E. Gugliandolo, Strategies to increase the compressive strength of ultra-lightweight foamed concrete, *Procedia Struct. Integr.* 28 (2020) 1673–1678. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.10.141>.
- [36] C. Shi, A.F. Jiménez, A. Palomo, New cements for the 21st century : The pursuit of an alternative to Portland cement, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 750–763. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.016>.
- [37] J. Davidovits, Geopolymers: Ceramic-like inorganic polymers, *J. Ceram. Sci. Technol.* 8 (2017) 335–350. <https://doi.org/10.4416/JCST2017-00038>.
- [38] C.G.S. Severo, D.L. Costa, I.M.T. Bezerra, R.R. Menezes, G.A. Neves, Características , particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente, *Rev. Eletrônica Mater. e Process.* 8.2 (2013) 55–67.
- [39] B.C. Mclellan, R.P. Williams, J. Lay, A. Van Riessen, G.D. Corder, Costs and carbon emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary portland cement, *J. Clean. Prod.* 19 (2011) 1080–1090. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.02.010>.
- [40] L. Assi, K. Carter, E. Eddie, R. Anay, P. Ziehl, Sustainable concrete : Building a greener future, *J. Clean. Prod.* 198 (2018) 1641–1651. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.07.123>.
- [41] M.A. Longhi, Álcali-ativação de lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- [42] U. Rattanasak, P. Chindaprasirt, Influence of NaOH solution on the synthesis of fly ash geopolymer, *Miner. Eng.* 22 (2009) 1073–1078. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2009.03.022>.
- [43] A. Palomo, M.W. Grutzeck, M.T. Blanco, Alkali-activated fly ashes: A cement for the future, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 1323–1329. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00243-9](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00243-9).

- [44] J. Davidovits, "GP Camp 2014." In Geopolymer Camp 2014, (2014). <https://www.geopolymer.org/conference/gpcamp/gpcamp-2014/> (accessed March 6, 2023).
- [45] F. Pacheco-Torgal, Z. Abdollahnejad, A.F. Camões, M. Jamshidi, Y. Ding, Durability of alkali-activated binders: A clear advantage over Portland cement or an unproven issue?, *Constr. Build. Mater.* 30 (2012) 400–405. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.12.017>.
- [46] A. Hajimohammadi, T. Ngo, P. Mendis, A. Kashani, J.S.J. van Deventer, Alkali activated slag foams: The effect of the alkali reaction on foam characteristics, *J. Clean. Prod.* 147 (2017) 330–339. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.01.134>.
- [47] Y.-M. Liew, C.Y. Heah, L. yuan Li, N.A. Jaya, M.M.A.B. Abdullah, S.J. Tan, K. Hussin, Formation of one-part-mixing geopolymers and geopolymer ceramics from geopolymer powder, *Constr. Build. Mater.* 156 (2017) 9–18. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.08.110>.
- [48] X. Ke, S.A. Bernal, N. Ye, J.L. Provis, J. Yang, One-part geopolymers based on thermally treated red Mud/NaOH blends, *J. Am. Ceram. Soc.* 98 (2015) 5–11. <https://doi.org/10.1111/jace.13231>.
- [49] K.D.W. Weerd, Geopolymers – State of the art, COIN Proj. Rep. 37. (2011). <https://www.sintefbok.no/book/index/1018>.
- [50] M. Catauro, F. Bollino, A.S. Cattaneo, P. Mustarelli, Al₂O₃-2SiO₂ powders synthesized via sol–gel as pure raw material in geopolymer preparation, *J. Am. Ceram. Soc.* 100 (2017) 1919–1927. <https://doi.org/10.1111/jace.14724>.
- [51] J. DAVIDOVITS, Geopolymer, green chemistry and sustainable development solutions: proceedings of the world congress geopolymer, Geopolymer Institute, France, 2005. https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=wIFo7L_zO8AC&oi=fnd&pg=PA9&dq=Geopolymer,+green+chemistry+and+sustainable+development+solutions&ots=fo1wpl6Qe_&si

g=0EcyPh1cVX8Hu_EaGp9tRkKDqHU#v=onepage&q=Geopolymer%2C
green chemistry and sustainable deve.

- [52] R.A.A.B. Santa, Desenvolvimento De Geopolímeros a Partir De Cinzas Pesadas Oriundas Da Queima Do Carvão Mineral E Metacaulim Sintetizado a Partir De Resíduo Da Indústria De Papel, Universidade Federal de Santa Catarina, 2012.
- [53] B. Lothenbach, K. Scrivener, R.D. Hooton, Supplementary cementitious materials, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 1244–1256. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>.
- [54] J.L. Provis, J.S.J. van Deventer, *Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications*, Woodhead Publishing Limited, UK, 2009.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2014.12.199%250Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.135%250Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.240%250Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.04.011%250Ahttps://doi.org/10.1007/s10098-018-0>
- [55] A.T. PINTO, *Introdução ao estudo dos geopolímeros*, UTAD, Portugal, 2006. <http://journal.um-surabaya.ac.id/index.php/JKM/article/view/2203>.
- [56] K. Komnitsas, D. Zaharaki, Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry, *Miner. Eng.* 20 (2007) 1261–1277. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.07.011>.
- [57] A. Palomo, P. Krivenko, I. Garcia-Lodeiro, E. Kavalerova, O. Maltseva, A. Fernández-Jiménez, A review on alkaline activation: New analytical perspectives, *Mater. Constr.* 64 (2014). <https://doi.org/10.3989/mc.2014.00314>.
- [58] P. Duxson, A. Fernández-Jiménez, J.L. Provis, G.C. Lukey, A. Palomo, J.S.J. Van Deventer, Geopolymer technology: The current state of the art, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 2917–2933. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0637-z>.

- [59] M.D. OLAWALE, Syntheses, characterization and binding strength of geopolymers: A review, *Int. J. Mater. Sci. Appl.* 2 (2013) 185–193. <https://doi.org/10.11648/j.ijmsa.20130206.14>.
- [60] M.S. Reddy, P. Dinakar, B.H. Rao, A review of the influence of source material's oxide composition on the compressive strength of geopolymer concrete, *Microporous Mesoporous Mater.* 234 (2016) 12–23. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2016.07.005>.
- [61] J. Davidovits, J.L. Sawyer, Early high-strength mineral polymer., 4.509.985, 1985.
- [62] D. Khale, R. Chaudhary, Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: A review, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 729–746. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0401-4>.
- [63] J. Davidovits, 30 Years of successes and failures in geopolymer applications. Market trends and potential breakthroughs., Geopolymer Conference, Melbourne, Australia, 2002.
- [64] B. Majidi, Geopolymer technology, from fundamentals to advanced applications: A review, *Mater. Technol.* 24 (2009) 79–87. <https://doi.org/10.1179/175355509X449355>.
- [65] A.T. Pinto, Sistemas ligantes obtidos por activação alcalina do metacaulino, Escola de Engenharia Universidade do Minho, 2004. <https://hdl.handle.net/1822/671>.
- [66] B.D. Andrade, Estudo Da Obtenção De Geopolímero a Partir De Aluminossilicato Sintetizado Via Sol-Gel, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019.
- [67] S. Pacheco-Torgal, F., Castro-Gomes, J.P., Jalali, Ligantes geopolíméricos: Uma alternativa ambiental ao cimento Portland no contexto da economia do carbono., *Betão Rev. Da APEB.* (2005). <https://hdl.handle.net/1822/4590>.
- [68] F. Pacheco-Torgal, S. Jalali, Cimento Portland normal versus ligantes

- geopoliméricos: durabilidade e desempenho ambiental, Teor. e Prática Na Eng. Civ. (2010) 1–9. <https://hdl.handle.net/1822/4590>.
- [69] J. Davidovits, Geopolymer Cement a review, *Geopolymer Sci. Tech.* (2013). www.geopolymer.org.
- [70] J.L. Provis, S.A. Bernal, Geopolymers and related alkali-activated materials, *Annu. Rev. Mater. Res.* 44 (2014) 299–327. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113515>.
- [71] IndustryArc, Geopolymer Market - Forecast(2023 - 2028), (2023). <https://www.industryarc.com/Research/Geopolymer-Market-Research-509370> (accessed April 21, 2023).
- [72] K. Dhasindrakrishna, K. Pasupathy, S. Ramakrishnan, J. Sanjayan, Progress, current thinking and challenges in geopolymer foam concrete technology, *Cem. Concr. Compos.* 116 (2021) 103886. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103886>.
- [73] R. Arellano Aguilar, O. Burciaga Díaz, J.I. Escalante García, Lightweight concretes of activated metakaolin-fly ash binders, with blast furnace slag aggregates, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 1166–1175. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.12.024>.
- [74] R.M. Novais, R.C. Pullar, J.A. Labrincha, Geopolymer foams: An overview of recent advancements, *Prog. Mater. Sci.* 109 (2020) 100621. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100621>.
- [75] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), NBR 12655:2022. Concreto de cimento portland - Preparo, controle, recebimento e aceitação - Procedimento, in: Rio de Janeiro, 2022.
- [76] K. Okada, A. Imase, T. Isobe, A. Nakajima, Capillary rise properties of porous geopolymers prepared by an extrusion method using polylactic acid (PLA) fibers as the pore formers, *J. Eur. Ceram. Soc.* 31 (2011) 461–467. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2010.10.035>.
- [77] H.R. Rasouli, F. Golestani-Fard, A.R. Mirhabibi, G.M. Nasab, K.J.D.

- MacKenzie, M.H. Shahraki, Fabrication and properties of microporous metakaolin-based geopolymer bodies with polylactic acid (PLA) fibers as pore generators, *Ceram. Int.* 41 (2015) 7872–7880. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.02.125>.
- [78] T. Kovářík, T. Křenek, D. Rieger, M. Pola, J. Říha, M. Svoboda, J. Beneš, P. Šutta, P. Bělský, J. Kadlec, Synthesis of open-cell ceramic foam derived from geopolymer precursor via replica technique, *Mater. Lett.* 209 (2017) 497–500. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.08.081>.
- [79] C.I. Pereira, Desenvolvimento de um sistema de baixo custo para a caracterização de espumas estabilizadas com partículas cerâmicas, Universidade Federal de São Carlos, 2018.
- [80] A.R. Studart, U.T. Gonzenbach, E. Tervoort, L.J. Gauckler, Processing routes to macroporous ceramics: A review, *J. Am. Ceram. Soc.* 89 (2006) 1771–1789. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01044.x>.
- [81] E. Papa, V. Medri, P. Benito, A. Vaccari, S. Bugani, J. Jaroszewicz, W. Swieszkowski, E. Landi, Synthesis of porous hierarchical geopolymer monoliths by ice-templating, *Microporous Mesoporous Mater.* 215 (2015) 206–214. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2015.05.043>.
- [82] G. Franchin, P. Scanferla, L. Zeffiro, H. Elsayed, A. Baliello, G. Giacomello, M. Pasetto, P. Colombo, Direct ink writing of geopolymeric inks, *J. Eur. Ceram. Soc.* 37 (2017) 2481–2489. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.01.030>.
- [83] Y. Luna-Galiano, C. Leiva, C. Arenas, C. Fernández-Pereira, Fly ash based geopolymeric foams using silica fume as pore generation agent. Physical, mechanical and acoustic properties, *J. Non. Cryst. Solids.* 500 (2018) 196–204. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.07.069>.
- [84] V. Medri, A. Ruffini, Alkali-bonded SiC based foams, *J. Eur. Ceram. Soc.* 32 (2012) 1907–1913. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.10.030>.
- [85] K. Ramamurthy, E.K. Kunhanandan Nambiar, G. Indu Siva Ranjani, A

- classification of studies on properties of foam concrete, *Cem. Concr. Compos.* 31 (2009) 388–396. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.04.006>.
- [86] C.A. de O. Silva, Estudo de dosagem e avaliação de concreto celular com fins estruturais, Universidade Federal de Alagoas, 2015. <http://www.repositorio.ufal.br/handle/riufal/1335>.
- [87] C. Bai, A. Conte, P. Colombo, Open-cell phosphate-based geopolymer foams by frothing, *Mater. Lett.* 188 (2017) 379–382. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.11.103>.
- [88] Z. Zhang, J.L. Provis, A. Reid, H. Wang, Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete, *Cem. Concr. Compos.* 62 (2015) 97–105. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.03.013>.
- [89] A. Hajimohammadi, T. Ngo, A. Kashani, Sustainable one-part geopolymer foams with glass fines versus sand as aggregates, *Constr. Build. Mater.* 171 (2018) 223–231. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.120>.
- [90] G. Masi, W.D.A. Rickard, L. Vickers, M.C. Bignozzi, A. Van Riessen, A comparison between different foaming methods for the synthesis of light weight geopolymers, *Ceram. Int.* 40 (2014) 13891–13902. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.05.108>.
- [91] Z. Zhang, J.L. Provis, A. Reid, H. Wang, Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction, *Constr. Build. Mater.* 56 (2014) 113–127. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.081>.
- [92] W. Drenckhan, S. Hutzler, Structure and energy of liquid foams, *Adv. Colloid Interface Sci.* 224 (2015) 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2015.05.004>.
- [93] A.L. Fameau, A. Salonen, Effect of particles and aggregated structures on the foam stability and aging, *Comptes Rendus Phys.* 15 (2014) 748–760. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2014.09.009>.

- [94] D. Langevin, Coalescence in foams and emulsions: Similarities and differences, *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 44 (2019) 23–31. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2019.09.001>.
- [95] A. Saint-Jalmes, Physical chemistry in foam drainage and coarsening, *Soft Matter*. 2 (2006) 836–849. <https://doi.org/10.1039/b606780h>.
- [96] T.T. Nguyen, H.H. Bui, T.D. Ngo, G.D. Nguyen, Experimental and numerical investigation of influence of air-voids on the compressive behaviour of foamed concrete, *Mater. Des.* 130 (2017) 103–119. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.054>.
- [97] R.M. Novais, G. Ascensão, L.H. Buruberry, L. Senff, J.A. Labrincha, Influence of blowing agent on the fresh- and hardened-state properties of lightweight geopolymers, *Mater. Des.* 108 (2016) 551–559. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.039>.
- [98] L. Senff, R.M. Novais, J. Carvalheiras, J.A. Labrincha, Eco-friendly approach to enhance the mechanical performance of geopolymer foams: Using glass fibre waste coming from wind blade production, *Constr. Build. Mater.* 239 (2020) 117805. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117805>.
- [99] T.C. Hung, J.S. Huang, Y.W. Wang, K.Y. Lin, Inorganic polymeric foam as a sound absorbing and insulating material, *Constr. Build. Mater.* 50 (2014) 328–334. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.042>.
- [100] K.H. Yang, C.W. Lo, J.S. Huang, Production and properties of foamed reservoir sludge inorganic polymers, *Cem. Concr. Compos.* 38 (2013) 50–56. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.03.017>.
- [101] X. Li, C. Bai, Y. Qiao, X. Wang, K. Yang, P. Colombo, Preparation, properties and applications of fly ash-based porous geopolymers: A review, *J. Clean. Prod.* 359 (2022) 132043. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.132043>.
- [102] Y. Huang, L. Gong, L. Shi, W. Cao, Y. Pan, X. Cheng, Experimental

- investigation on the influencing factors of preparing porous fly ash-based geopolymer for insulation material, *Energy Build.* 168 (2018) 9–18. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2018.02.043>.
- [103] K. Pasupathy, S. Ramakrishnan, J. Sanjayan, Enhancing the mechanical and thermal properties of aerated geopolymer concrete using porous lightweight aggregates, *Constr. Build. Mater.* 264 (2020) 120713. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120713>.
- [104] G. Gu, F. Xu, S. Ruan, X. Huang, J. Zhu, C. Peng, Influence of precast foam on the pore structure and properties of fly ash-based geopolymer foams, *Constr. Build. Mater.* 256 (2020) 119410. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119410>.
- [105] M. Labus, K. Labus, Thermal conductivity and diffusivity of fine-grained sedimentary rocks, *J. Therm. Anal. Calorim.* 132 (2018) 1669–1676. <https://doi.org/10.1007/s10973-018-7090-5>.
- [106] K. Ghazi Wakili, E. Hugi, L. Karvonen, P. Schnewlin, F. Winnefeld, Thermal behaviour of autoclaved aerated concrete exposed to fire, *Cem. Concr. Compos.* 62 (2015) 52–58. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.04.018>.
- [107] A.M. Alnahhal, U.J. Alengaram, S. Yusoff, P. Darvish, K. Srinivas, M. Sumesh, Engineering performance of sustainable geopolymer foamed and non-foamed concretes, *Constr. Build. Mater.* 316 (2022) 125601. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125601>.
- [108] M.Y.J. Liu, U.J. Alengaram, M.Z. Jumaat, K.H. Mo, Evaluation of thermal conductivity, mechanical and transport properties of lightweight aggregate foamed geopolymer concrete, *Energy Build.* 72 (2014) 238–245. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2013.12.029>.
- [109] Z. Zhang, H. Wang, The pore characteristics of geopolymer foam concrete and their impact on the compressive strength and modulus, *Front. Mater.* 3 (2016) 1–10. <https://doi.org/10.3389/fmats.2016.00038>.

- [110] M.M. Al Bakri Abdullah, K. Hussin, M. Bnhussain, K.N. Ismail, Z. Yahya, R.A. Razak, Fly ash-based geopolymer lightweight concrete using foaming agent, *Int. J. Mol. Sci.* 13 (2012) 7186–7198. <https://doi.org/10.3390/ijms13067186>.
- [111] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT)., NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação, in: Rio de Janeiro, 2015.
- [112] C.S. Karadumpa, R.K. Pancharathi, Influence of gradation of aggregates using particle packing methods on strength and microstructure of blended cement mortars, *Mater. Today Proc.* 61 (2022) 174–186. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.07.458>.
- [113] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), NBR 12644: Concreto leve celular estrutural — Determinação da densidade de massa aparente no estado fresco, in: Rio de Janeiro, 2014.
- [114] Associação Brasileira De Normas Técnicas (ABNT), NBR 17054: Agregados - Determinação da composição granulométrica - Método de ensaio, in: Rio de Janeiro, 2022.
- [115] ASTM C1446-19, Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient, in: 2019. <https://doi.org/10.1520/C1446-19.2>.
- [116] ASTM C830-00, Standard test methods for apparent porosity, liquid absorption, apparent specific gravity, and bulk density of refractory shapes by vacuum, in: 2016. <https://doi.org/10.1520/C0830-00R16.2>.
- [117] ASTM C133-97, Standard test methods for cold crushing strength and modulus of rupture of refractories, in: 2021. <https://doi.org/10.1520/C0133-97R21.2>.
- [118] M.D.M. Innocentini, A.R.F. Pardo, V.R. Salvini, V.C. Pandolfelli, How accurate is Darcy's law for refractories, *Am. Ceram. Soc. Bull.* 78 (1999) 64–68.
- [119] M.D.M. Innocentini, A.R.F. Pardo, V.C. Pandolfelli, Influence of air

- compressibility on the permeability evaluation of refractory castables, *J. Am. Ceram. Soc.* 83 (2000) 1536–1538. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01426.x>.
- [120] M.D.M. Innocentini, A.R.F. Pardo, V.C. Pandolfelli, B.A. Menegazzo, L.R.M. Bittencourt, R.P. Rettore, Permeability of high-alumina refractory castables based on various hydraulic binders, *J. Am. Ceram. Soc.* 85 (2002) 1517–1521. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2002.tb00306.x>.
- [121] M.P. dos S. Grenzel, *Concreto Celular de Diferentes Densidades: Efeito da Goma Xantana como Estabilizador de Espuma e de Fibras de Polipropileno*, Universidade Federal do PAMPA, 2023. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK558907/>.
- [122] J. Wang, A. V. Nguyen, S. Farrokhpay, A critical review of the growth, drainage and collapse of foams, *Adv. Colloid Interface Sci.* 228 (2016) 55–70. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2015.11.009>.
- [123] L.R. Caballero, *Comportamento físico-mecânico de matrizes geopoliméricas à base de metacaulim reforçadas com fibras de aço*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017. <https://ejournal.poltektegal.ac.id/index.php/siklus/article/view/298%0Ahttp://repositorio.unan.edu.ni/2986/1/5624.pdf%0Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.jana.2015.10.005%0Ahttp://www.biomedcentral.com/1471-2458/12/58%0Ahttp://ovidsp.ovid.com/ovidweb.cgi?T=JS&P>.
- [124] B.P. Bezerra, H.R.M. Silva, A.P. Luz, Síntese e propriedades físico-mecânicas à verde de geopolímeros suscetíveis ao enrijecimento rápido, in: 65 - 66º Congr. Bras. Cerâmica, Águas de Lindóia, SP, 2022.
- [125] M.F. Alnahhal, T. Kim, A. Hajimohammadi, Evolution of flow properties, plastic viscosity, and yield stress of Alkali-activated fly ash/slag pastes, *RILEM Tech. Lett.* 5 (2020) 141–149. <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2020.123>.
- [126] A. Gultekin, K. Ramyar, Effect of curing type on microstructure and compressive strength of geopolymer mortars, *Ceram. Int.* 48 (2022)

- 16156–16172. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2022.02.163>.
- [127] M. Lahoti, K.K. Wong, E.H. Yang, K.H. Tan, Effects of Si/Al molar ratio on strength endurance and volume stability of metakaolin geopolymers subject to elevated temperature, *Ceram. Int.* 44 (2018) 5726–5734. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2017.12.226>.
- [128] A. Alam, J. Hu, Mechanical properties and energy absorption capacity of plain and fiber-reinforced single- and multi-layer cellular concrete, *Constr. Build. Mater.* 394 (2023) 132154. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.132154>.
- [129] T.P.P. Coelho, B.P. Bezerra, J.R. Verza, A.P. Luz, M.R. Morelli, Physico-mechanical properties of metakaolin and diatomite-based geopolymers, *Mater. Lett.* 349 (2023) 134784. <https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2023.134784>.
- [130] B.P. Bezerra, M.R. Morelli, A.P. Luz, Design, characterization and incorporation of geopolymer binders in refractory ceramic compositions, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* (2023). <https://doi.org/10.1111/ijac.14507>.
- [131] M. Król, P. Rožek, D. Chlebda, W. Mozgawa, ATR/FT-IR studies of zeolite formation during alkali-activation of metakaolin, *Solid State Sci.* 94 (2019) 114–119. <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2019.06.004>.
- [132] M.D.M. Innocentini, E.H. Tanabe, M.L. Aguiar, J.R. Coury, Filtration of gases at high pressures: Permeation behavior of fiber-based media used for natural gas cleaning, *Chem. Eng. Sci.* 74 (2012) 38–48. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2012.01.050>.
- [133] M.D. De Mello Innocentini, P. Sepulveda, F. Dos Santos Ortega, Permeability, in: Michael Scheffler, Paolo Colombo (Eds.), *Cell. Ceram. Struct. Manuf. Prop. Appl.*, 1st ed., Wiley-VCH, 2006: pp. 313–341. <https://doi.org/10.1002/3527606696.ch4b>.
- [134] M.D.M. Innocentini, A.R.F. Pardo, V.C. Pandolfelli, Modified pressure-decay technique for evaluating the permeability of highly dense

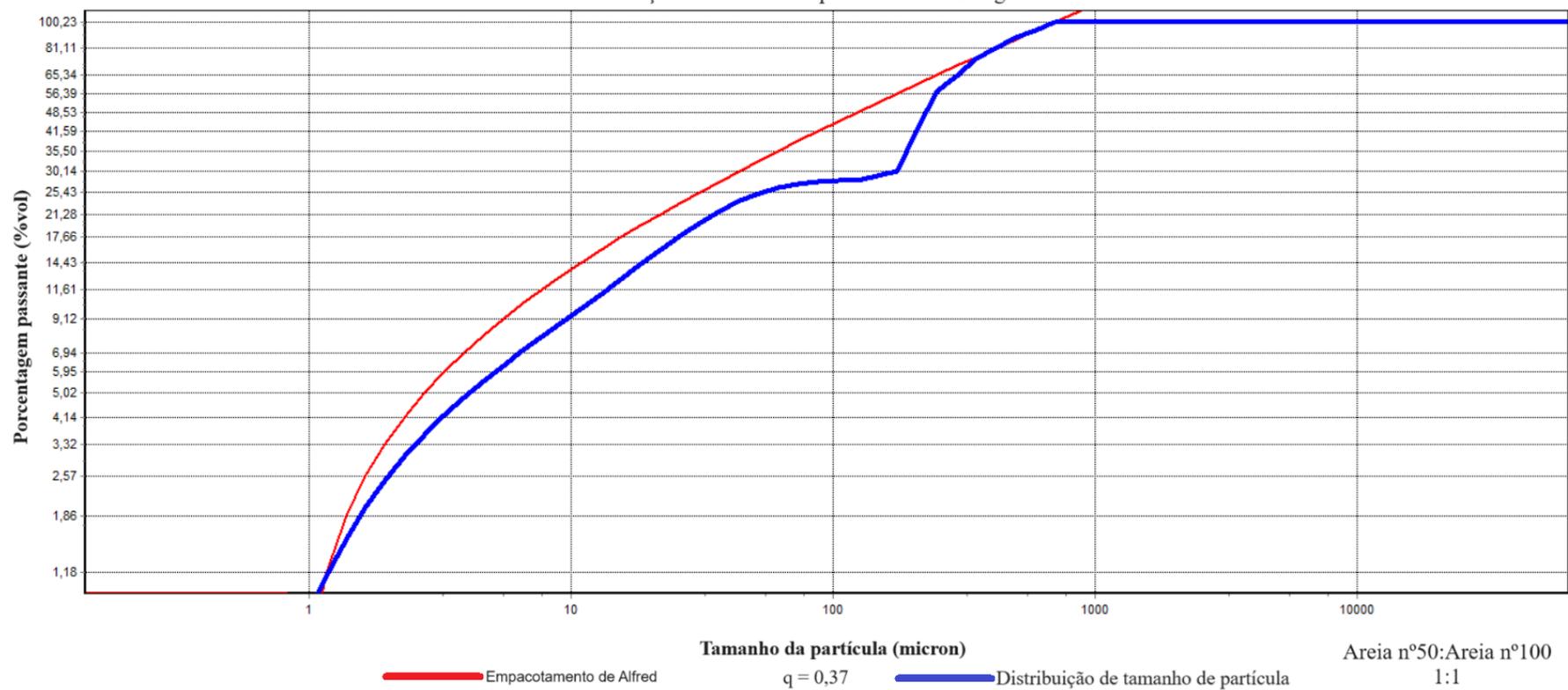
- refractories, *J. Am. Ceram. Soc.* 83 (2000) 220–222.
<https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01175.x>.
- [135] A.M. Neville, *Propriedades do concreto*, 5. ed., Bookman, Porto Alegre, 2016.
- [136] V.G. Haach, G. Vasconcelos, P.B. Loureno, Influence of aggregates grading and water/cement ratio in workability and hardened properties of mortars, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 2980–2987.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.11.011>.
- [137] M. Saeli, L. Senff, D.M. Tobaldi, M.P. Seabra, J.A. Labrincha, Novel biomass fly ash-based geopolymers mortars using lime slaker grits as aggregate for applications in construction: Influence of granulometry and binder/aggregate ratio, *Constr. Build. Mater.* 227 (2019) 116643.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.08.024>.
- [138] B.P. Bezerra, A.P. Luz, Novel alkaline solid reagent for the preparation of one-part metakaolin-based geopolymers, *Mater. Lett.* 363 (2024) 136270.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2024.136270>.
- [139] P.E. Stutzman, P. Feng, J.W. Bullard, Phase analysis of portland cement by combined quantitative X-ray powder diffraction and scanning electron microscopy, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 121 (2016) 47–107.
<https://doi.org/10.6028/jres.121.004>.
- [140] M.Y.A. Mollah, W. Yu, R. Schennach, D.L. Cocke, Fourier transform infrared spectroscopic investigation of the early hydration of Portland cement and the influence of sodium lignosulfonate, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000) 267–273. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00243-4](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00243-4).
- [141] M. Bediako, L. Valentini, Strength, carbon emissions, and sorptivity behavior of cement paste and mortar containing thermally activated clay, *J. Build. Eng.* 89 (2024) 109278.
<https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2024.109278>.
- [142] F. Matossi, Vibration frequencies and binding forces in some silicate

- groups, *J. Chem. Phys.* 17 (1949) 679–685. <https://doi.org/10.1063/1.1747369>.
- [143] K. Khan, M.A.M. Johari, M.N. Amin, M. Iqbal, Evaluation of the mechanical properties, microstructure, and environmental impact of mortar incorporating metakaolin, micro and nano-silica, *Case Stud. Constr. Mater.* 20 (2024) e02699. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02699>.
- [144] S.A. Yaseen, G.A. Yiseen, Z. Li, Synthesis of calcium carbonate in alkali solution based on graphene oxide and reduced graphene oxide, *J. Solid State Chem.* 262 (2018) 127–134. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2018.03.005>.
- [145] A. Terzić, V. Paunović, J. Stojanović, Effect of the titanium-dioxide addition on the structural, dielectric, and mechanical properties of different cement-based mortars with corundum aggregate, *Constr. Build. Mater.* 412 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.134847>.
- [146] G.A. Soares, A.P. Luz, Avaliação de geopolímeros porosos obtidos a partir da incorporação de espuma pré-formada, in: *An. Do 67 Congr. Bras. Cerâmica*, Florianópolis, 2023: pp. 1–10.
- [147] D. Niu, L. Su, Y. Luo, D. Huang, D. Luo, Experimental study on mechanical properties and durability of basalt fiber reinforced coral aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 237 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117628>.
- [148] K. Pasupathy, S. Ramakrishnan, J. Sanjayan, Influence of recycled concrete aggregate on the foam stability of aerated geopolymer concrete, *Constr. Build. Mater.* 271 (2021) 121850. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121850>.
- [149] J.G. Sanjayan, A. Nazari, L. Chen, G.H. Nguyen, Physical and mechanical properties of lightweight aerated geopolymer, *Constr. Build. Mater.* 79 (2015) 236–244. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.043>.
- [150] A. Hajimohammadi, T. Ngo, P. Mendis, J. Sanjayan, Regulating the

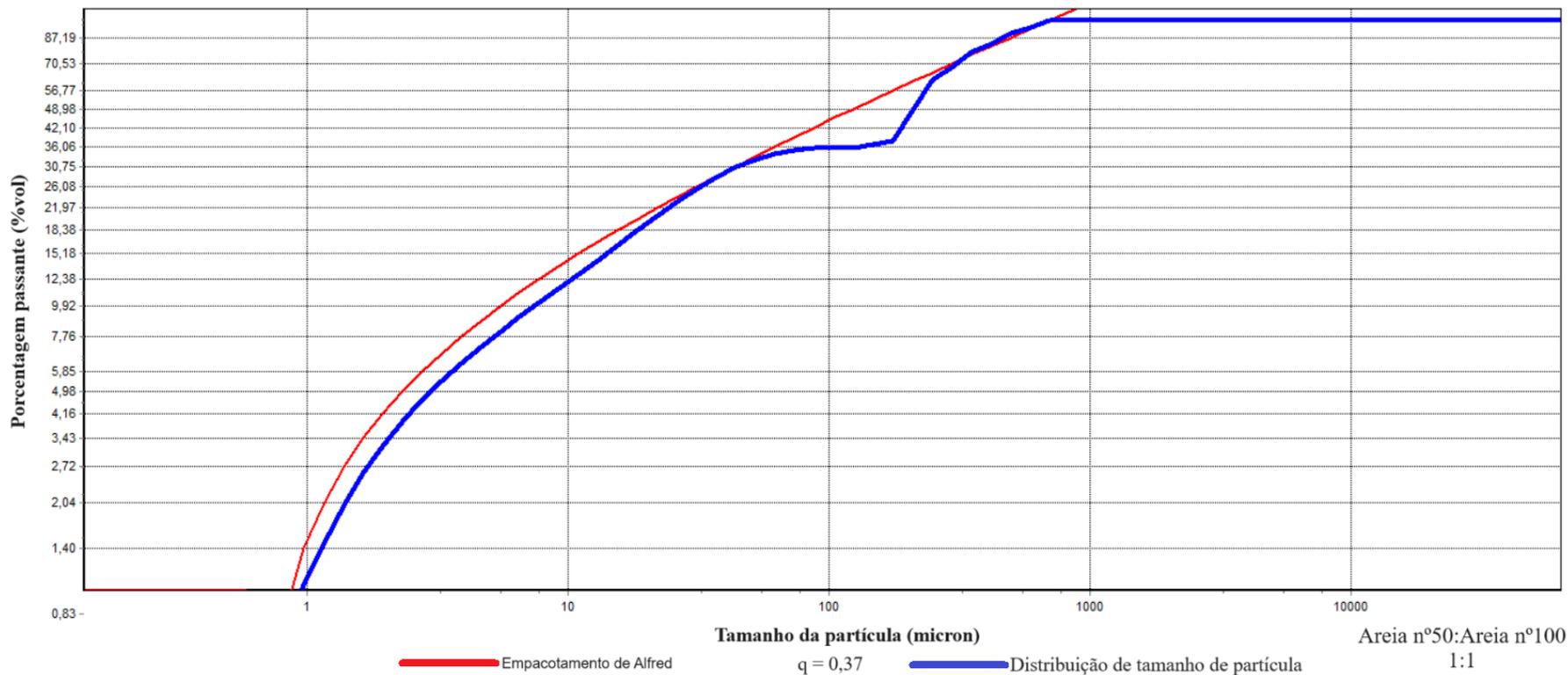
- chemical foaming reaction to control the porosity of geopolymer foams, *Mater. Des.* 120 (2017) 255–265. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.02.026>.
- [151] G. Kaplan, O. Yavuz Bayraktar, B. Bayrak, O. Celebi, B. Bodur, A. Oz, A.C. Aydin, Physico-mechanical, thermal insulation and resistance characteristics of diatomite and attapulgite based geopolymer foam concrete: Effect of different curing regimes, *Constr. Build. Mater.* 373 (2023) 130850. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.130850>.
- [152] A. Tukaziban, C.-S. Shon, G. Kareken, N. Kozhageldi, D. Zhang, J.R. Kim, Evaluation of properties of energy-efficient geopolymer cellular concrete containing basic oxygen furnace slag aggregate, *Mater. Today Proc.* (2023). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.10.094>.
- [153] A. De Rossi, J. Carvalheiras, R.M. Novais, M.J. Ribeiro, J.A. Labrincha, D. Hotza, R.F.P.M. Moreira, Waste-based geopolymeric mortars with very high moisture buffering capacity, *Constr. Build. Mater.* 191 (2018) 39–46. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.201>.
- [154] V.S. Le, A. Sharko, O. Sharko, D. Stepanchikov, R. Ercoli, T.X. Nguyen, D.H. Tran, K.E. Buczkowska, P. Dancova, P. Łos, P. Louda, Multi-criteria optimization of geopolymer foam composition, *J. Mater. Res. Technol.* 26 (2023) 9049–9062. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.199>.
- [155] M.A.O. Mydin, Effective thermal conductivity of foamcrete of different densities, *Concr. Res. Lett.* 2 (2011) 181–189. www.crl.issres.net.
- [156] N.M. Zahari, I.A. Rahman, A. Mujahid, A. Zaidi, H. Ismail, A. Rahman, Foamed Concrete: Potential Application in Thermal Insulation, *Malaysian Tech. Univ. Eng. Technology.* (2009) 47–52.
- [157] A. Tukaziban, C.S. Shon, I. Orynassarov, S. Sandybay, D. Syzdykov, D. Zhang, J.R. Kim, Mechanical, Swelling, and Thermal Properties of Geopolymer Mixture Containing Basic Oxygen Furnace Slag Aggregates, *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* 1050 (2022) 0–6. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1050/1/012021>.

APÊNDICE A

Distribuição de tamanho de partícula: Teor de ligante 27%



Distribuição de tamanho de partícula: Teor de ligante 35%



Distribuição de tamanho de partícula: Teor de ligante 40%

