

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA A BASE DE
METACAULINITA E CINZA DE FUNDO

SARA DOS SANTOS SANTARÉM

Manaus

2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

SARA DOS SANTOS SANTARÉM

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA A BASE DE
METACAULINITA E CINZA DE FUNDO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Amazonas, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, área de concentração Materiais Regionais e Não Convencionais para Estruturas e Pavimentos.

Orientador: Dr. Raimundo Kennedy Viera

Co-orientadora: Dra Adalena Kennedy Vieira

Manaus

2018

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

S233s Santarem, Sara dos Santos Santarém
Síntese e caracterização de argamassa geopolimérica a base de metacaulinita e cinza de fundo / Sara dos Santos Santarém
Santarem. 2018
79 f.: il.; 31 cm.

Orientador: Raimundo Kennedy Vieira
Coorientadora: Adalena Kennedy Vieira
Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Amazonas.

1. argamassa geopolimérica. 2. metacaulinita. 3. cinza de fundo. 4. sustentabilidade. I. Vieira, Raimundo Kennedy II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

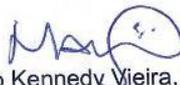
SARA DOS SANTOS SANTARÉM

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA A BASE DE
METACAULINITA E CINZA DE FUNDO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Amazonas, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, área de concentração Materiais Regionais e Não Convencionais para Estruturas e Pavimentos.

Aprovada em 04 de Dezembro de 2018.

BANCA EXAMINADORA



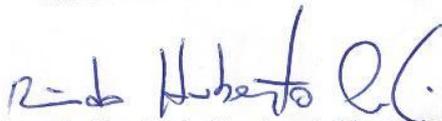
Prof. Dr. Raimundo Kennedy Vieira, Presidente.

Universidade Federal do Amazonas



Prof. Dr. Genilson Pereira Santana, Membro.

Universidade Federal do Amazonas



Prof. Dr. Raimundo Humberto Cavalcante Lima, Membro Externo.

Universidade Federal do Amazonas

*Primeiramente a Deus, dono de toda sabedoria, por
me conceder essa oportunidade e a Ele toda glória.
A Minha mãe, Dulciana de Jesus, minha referência de
fé e força, por estar ao meu lado em todos os momentos dessa
trajetória. Ao meu esposo, Marcos Venâncio, por todo amor,
motivação e apoio nessa jornada.
Ao meu Pai, Vivaldo Batista pelas orações,
Minhas irmãs, Leida de Jesus e Luana Santos, pelo
incentivo.*

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo, agradeço ao DEUS, Meu Amigo, Pai, Ajudador e meu socorro bem presente na angústia, gratidão por ter me direcionado e sustentado nessa caminhada, que enxergo como um lindo presente, pois sem sua presença e força jamais teria vencido. Reconheço que tudo é Dele e para Ele. Está ao meu lado em todos os momentos, É minha base e minha fortaleza, a ELE toda honra e glória para todo Sempre.

À minha Mãe, Dulciana de Jesus dos Santos, meu maior exemplo de persistência, força e fé, motivadora incansável desse sonho, amiga fiel e que nunca me desamparou, sempre acreditou que eu conseguiria passar na seletiva, desenvolver o projeto e concluir esse ciclo. Gratidão pelo Apoio, pelas orações que me sustentaram, pelas palavras de motivação e por todo amor a mim concedido, que acalentaram minha alma em diversos momentos, peço a Deus nunca decepciona-la. Essa vitória é mais sua do que minha, Sempre te Amarei.

Ao meu Esposo, Marcos Venâncio F. Santarém, meu grande parceiro, amigo e amor, meu grande exemplo diário de superação, por todo estímulo e incentivo, por ter renunciado muitos desejos por mim, por ser sempre zeloso e leal, por me amar mesmo nos meus dias mais difíceis e ter paciência e sabedoria para transformá-los e melhorá-los. Por todas as frases sábias que me faziam refletir em meio as lutas, das quais sempre tirava uma lição e me tornava melhor. O nosso amor venceu mais uma vez, obrigada por tudo, Te Amo.

Aos demais integrantes da minha família, meu pai Vivaldo que apesar de pouco convívio me sustentou em oração e motivação, muito obrigada. Minhas irmãs Leida e Luana, obrigada pelas vezes que precisei e vocês com todo amor me ajudaram. Amo vocês, meus presentes de Deus.

Aos tios, primos e amigos, que de perto ou de longe, direta ou indiretamente colaboraram com esta jornada, Tia Lindalva, Tia Dulce, Tia Cléa, Tio Antônio. Primos (a) Ivone, Julinaldo e Ruth me ajudou em alguns ensaios de maneira alegre e motivadora. Aos amigos (a) externos Nadson Felix, Dienne Hellen, Mayara Oliveira, Arliane Farias, Nayra Durante, Larissa Feitosa, Thais Riveiro, Camila Paiva, João Mateus, Ruth Vilanova e Sara Vilanova com os quais compartilhei momentos difíceis

ao longo desses anos e que sempre me ajudaram com palavras positivas e boas vibrações. Vocês são todos muito especiais.

Ao meu professor e orientador, Dr. Raimundo Kennedy Vieira, por toda orientação dada, que muito contribuiu para meu crescimento acadêmico e pessoal.

Aos Professores Drs. Raimundo Humberto, Adalena Kennedy e Genilson Pereira, por toda a ajuda ao longo desta jornada, por disponibilizarem tempo para contribuir com esse trabalho.

Aos professores Drs. João de Almeida, Campelo e Virgínia por disponibilizarem os laboratórios que são de suas responsabilidades (Materiais, Pavimentação e LAMAC, respectivamente) e contribuírem com meu trabalho.

Ao colega de trabalho, Aedjota Matos, por toda ajuda e conhecimento compartilhado, mesmo em condições adversas conseguimos com muita força e persistência concluir, muito obrigada por tudo.

Aos amigos que fiz durante essa jornada, Frank Albert, Katellen Costa, Luane Ricarte, Fernanda Oikava, Eugênio Borges, Luana Oliveira, Elma Dayane, Henriqueta Lima, Ewerton Mazoni, Frank Hudson, Elaine Figueiredo e Eduarda Pereira, serei eternamente grata por tamanho presente que Deus me concedeu, pela parceria incansável, momentos divertidos, pela torcida positiva, pelo Grupo de WhatsApp “Churras do mestrado” que tornaram essa caminhada mais leve e inesquecível. Em especial a minha amiga Raquel Andrade, pela amizade, parceria, ajuda e motivação. Foram muitos momentos dos quais chorei em seus ombros, ouvi seus conselhos e segui em frente mais confiante, nunca esquecerei de quantas vezes com paciência e amor me disse frases como: “Amiga você consegue.” “Foca e Finaliza.” “Acaba Logo isso.” “Amo você”. Poucas são as palavras para expressar tamanha gratidão por sua vida. A todos, meu muito obrigada, os levarei no coração sempre, Amo Vocês.

Aos técnicos dos Laboratórios da UFAM, Samuel Feitoza do Laboratório de Controle de Qualidade da Engenharia Química (sempre me ajudou no que pode, me cedia água deionizada e seu banho maria, sempre alegre e prestativo), Sr. Zeca do Laboratório de Pavimentação (que sempre me ajudou disponibilizando espaço para moldar meus Cps e pesas meus materiais.), Sr. Jorge e Nilson do Laboratório de Ensaio de Materiais – LEM (pela ajuda nos ensaios finais, pelos equipamentos que

me ensinaram a utilizar e ela alegria que sempre recebem os alunos, muito obrigada), Miécio Melquiades do Laboratório de materiais (por tantos DRX realizados), Diogo (que contribuiu cedendo o espaço e equipamentos do LAMAC), ao Ivan e Beatriz (Bia), ambos da secretaria do programa PPGEC, que sempre dispostos ajudavam a todos no que precisavamos, agradeço todos os outros técnicos que me ajudaram direta e indiretamente.

À EMPRESA KONKREX, por toda a assistência, amparo e ajuda, por me permitir realizar todos os meus ensaios mecânicos e que foi de fundamental importância. Em especial ao Engenheiro Domingos, homem ilustre, de vasto conhecimento, com o qual aprendi muito, sempre muito prestativo e amável, contribuiu muito com esta pesquisa, Obrigada de coração.

Ao auxílio financeiro e apoio tecnológico das Instituições de Ensino e Fomento:
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS - UFAM/FT; COMISSÃO DE APERFEIÇOAMENTO DE PESSOAL DO NÍVEL SUPERIOR – CAPES; CONSELHO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO-CNPq.

"Não estou dizendo isso porque esteja necessitado, pois aprendi a adaptar-me a toda e qualquer circunstância. Sei o que é passar necessidade e sei o que é ter fartura. Aprendi o segredo de viver contente em toda e qualquer situação... Tudo Posso Naquele que me Fortalece."

Filipenses 4, 11-13.

RESUMO

O aumento da utilização de materiais cimentícios e as consequências negativas que essa utilização provoca ao meio ambiente, faz com que haja grandes esforços no desenvolvimento de pesquisas que buscam novos materiais, menos poluentes, com compatibilidade técnica e baixo custo. A presente pesquisa apresenta o desenvolvimento e caracterização de argamassas geopoliméricas a base de metacaulinita avaliando a substituição em 25%, 50% e 100% do agregado miúdo por cinza de fundo proveniente de olariais locais e que é um subproduto inevitável e sem destinação sustentável. De forma a obter precursores mais puros, optou-se por produzir a metacaulinita manualmente, a argila caulínica regional coletada foi calcinada na temperatura de 750 °C durante 4 horas, utilizou-se sílica ativa, água deionizada e hidróxido de sódio como ativador alcalino. Utilizou-se técnicas de fluorescência e difração de raio x para a caracterização química e mineralógica da argila caulínica e da metacaulinita e através do ensaio de resistência a compressão simples foi obtido o desempenho mecânico dos corpos de prova. Os resultados mecânicos chegaram a 45 MPA em 100% de substituição e também indicaram que proporções menores que 50% são inviáveis, pois reduzem a resistência. Referente as propriedades físicas da mistura, os resultados mostram que as argamassas geopolimérica produzidas no presente trabalho se assemelham as argamassas geopoliméricas estudadas em outras pesquisas. Diante disso, conclui-se que a incorporação de cinza de fundo para produção de argamassas geopoliméricas torna o material tecnicamente compatível com materiais cimentícios convencionais.

Palavras-chave: Argamassa geopolimérica, metacaulinita, Cinza de fundo, sustentabilidade

ABSTRACT

The increased use of cementitious materials and the negative consequences that this causes on the environment, makes great efforts in the development of research that seeks new materials, less polluting, with technical compactness and low cost. The present research presents the development and characterization of geopolymeric mortars based on metacaulinite evaluating the substitution in 25%, 50% and 100% of the small aggregate by background ash from local potteries and that is an unavoidable byproduct and without sustainable destination. In order to obtain purer precursors, it was chosen to produce metacaulinite manually, the collected kaolinite clay was calcined at a temperature of 750 ° C for 4 hours, using active silica, deionized water and sodium hydroxide as the alkaline activator. Fluorescence and x-ray diffraction techniques were used for the chemical and mineralogical characterization of kaolinite and metacaulinite and through the simple compression strength test the mechanical performance of the specimens was obtained. The mechanical results reached 45 MPA in 100% substitution and also indicated that proportions less than 50% are not feasible because they reduce the resistance. Regarding the physical properties of the mixture, the results show that the geopolymer mortars produced in the present work resemble the geopolymer mortars studied in other researches. In view of this, it is concluded that the incorporation of bottom ash for the production of geopolymeric mortars makes the material technically compatible with conventional cements materials.

Key words: Geopolymer mortar, metakaolin, Bottom ash, sustainability

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química da metacaulinita.....	25
Tabela 2: Composição química da cinza de fundo.....	27
Tabela 3: Variações e fatores adotados.....	29
Tabela 4: Matriz e respostas médias por amostra.....	30
Tabela 5: Análise de Variância.....	31
Tabela 6: Dosagem ideal indicada pelo experimento	33
Tabela 7: Esquema de ensaios realizados e seus objetivos.....	39

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Modelo conceitual de geopolimerização.....	14
Figura 2: Redes Tetraédricas de Si e Al.....	15
Figura 3: Fluxograma do processo para geração de cinzas.....	17
Figura 4: Etapas de atividades desse estudo.....	21
Figura 5: Esquema de materiais utilizados no experimento.....	22
Figura 6: Mapa geológico e localização do ponto de coleta.....	23
Figura 7: Efeito da calcinação na cor da argila.....	24
Figura 8: Metacaulinita de Novo Airão.....	24
Figura 9: Banho maria utilizado.....	26
Figura 10: Cinza de fundo oriunda de olaria.....	26
Figura 11: Agregado miúdo utilizado.....	28
Figura 12: Delineamento experimental.....	29
Figura 13: Gráfico resposta de melhor dosagem 2D.....	32
Figura 14: Gráfico resposta de melhor dosagem 3D.....	32
Figura 15: Separação dos materiais secos.....	34
Figura 16: Precursor líquido.....	35
Figura 17: Misturador de eixo vertical.....	35
Figura 18: Esquema de mistura do geopolímero.....	36
Figura 19: Esquema de mistura da argamassa.....	36
Figura 20: Moldes cúbicos.....	37
Figura 21: Vibração dos Cps.....	37
Figura 22: Cura dos Cps em temperatura ambiente.....	38
Figura 23: Espectômetro utilizado.....	40
Figura 24: Difrátômetro.....	41

Figura 25: Equipamento utilizado nas análises térmicas.....	42
Figura 26: Aparelho de vicat.....	43
Figura 27: Mesa de abatimento.....	44
Figura 28: Prensa hidráulica.....	45
Figura 29: Curvas de TG e DSC.....	66
Figura 30: Difratoograma da argila.....	67
Figura 31: Difratoograma da cinza de fundo.....	68
Figura 32: Difratoograma do geopolimero.....	69
Figura 33: Difratoograma da argamassa geopolimérica.....	69
Figura 34: Gráfico de massa específica.....	70

LISTA DE ABREVIATURA

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM – American Society for Testing and Materials (Sociedade Americana para Testes e Materiais)

Si – Sílica

Al- Alumina

NaOH – Hidróxido de Sódio

CaO- Óxido de Cálcio

°C – Graus Celsius

γ – Massa específica

g – Grama

h – Hora

MKL – Metacaulinita

CF – Cinza de Fundo

AG – Argamassa Geopolimérica

GEO - Geopolímero

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

mm – Milímetros

min – Minutos

μ – Micro

TG – Termogravimetria

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	13
1.1. Geopolímero.....	13
1.2. Cinza de fundo.....	16
1.3. Argamassa geopolimérica.....	18
2. MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
2.1. Materiais.....	22
2.2. Delineamento experimental e análise estatística.....	28
2.3. Determinação da dosagem ótima.....	29
2.4. Síntese da argamassa geopolimérica.....	34
2.5. Técnicas de caracterização.....	39
2.5.1 Fluorescência de raios X.....	40
2.5.2 Difração de raios X.....	40
2.5.3 Análises térmicas.....	41
2.5.4 Tempo de Pega.....	42
2.5.5 Absorção de água.....	43
2.5.6 Consistência de argamassa.....	44
2.5.7 Resistência a compressão.....	44
3 ARTIGO 1.....	46
4 RESULTADOS COMPLEMENTARES.....	65
4.1. Caracterização da metacaulinita.....	65
4.2. Caracterização da cinza de fundo.....	68
4.3. Caracterização da argamassa.....	68
4.3.1. Massa específica da argamassa.....	70
5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	71
6. REFERÊNCIAS.....	73

1. INTRODUÇÃO

1.1 Geopolímero

A forte preocupação ambiental incidente vem se mostrando como uma das principais motivações para a busca de materiais alternativos, sustentáveis, que reduzam o consumo de energia e apresentem baixo custo produtivo. Isso porque a produção intensa de cimento Portland é responsável por cerca de 8% de toda a emissão de CO₂ para a atmosfera, além de consumir grande energia (FAN et al., 2018; İLKENTAPAR et al., 2017; PAN; NAN; KAI, 2013; TONIOLO; BOCCACCINI, 2017; TOPÇU; TOPRAK; UYGUNOĞLU, 2014).

Os geopolímeros, polímeros inorgânicos ou geocimentos como também é conhecido, são termos usuais para denominar uma nova classe de materiais verdes, estes são comumente denotados como materiais inovadores e sofisticados, pois possui grande potencial de utilização, devido ao seu vasto potencial como material alternativo ao cimento (DAVIDOVITS, 2013; KAYA; SOYER-UZUN, 2016; PELISSER et al., 2013; SARKAR; DANA; DAS, 2015a).

A síntese desse novo material se dá por meio de uma reação química denominada geopolimerização representada esquematicamente na figura 1, é uma reação química semelhante à cadeia polimérica orgânica que gera uma cadeia alumina-sílica com propriedade de ligação. Na geopolimerização ocorre a mistura de um precursor sólido, ou seja, um aluminossilicato, com uma solução ativadora de silicato ou hidróxido alcalino em temperatura ambiente ou ligeiramente alta. O desempenho das propriedades dos geopolímeros depende diretamente da natureza e concentração do ativador (K ou Na), temperatura de cura, umidade e pressão (ARENAS et al., 2017; GLID et al., 2017; İLKENTAPAR et al., 2017; LONGHI et al., 2016; PROVIS, 2014; TOPÇU; TOPRAK; UYGUNOĞLU, 2014).

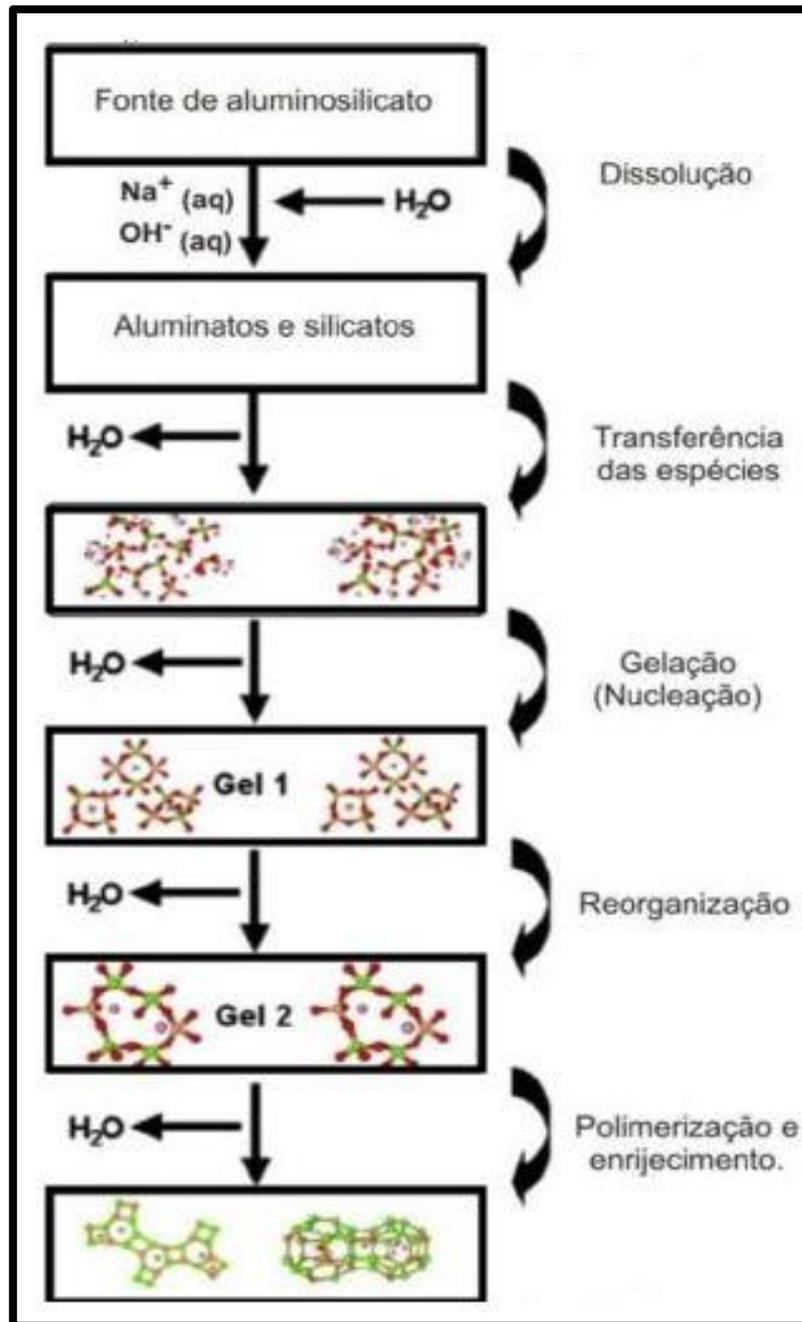


Figura 1: Modelo Conceitual de Geopolimerização.

Fonte: Adaptado Ramos (2017)

O fim da reação química é cancelada pelo fenômeno denominado polimerização (RAMOS, 2017), devido ao NaOH, o PH é elevado, o que gerou uma solução saturada de Si e Al e como resultado disso deu-se a formação de gel $N - A - S - H^8$, conforme mostra a figura 2.

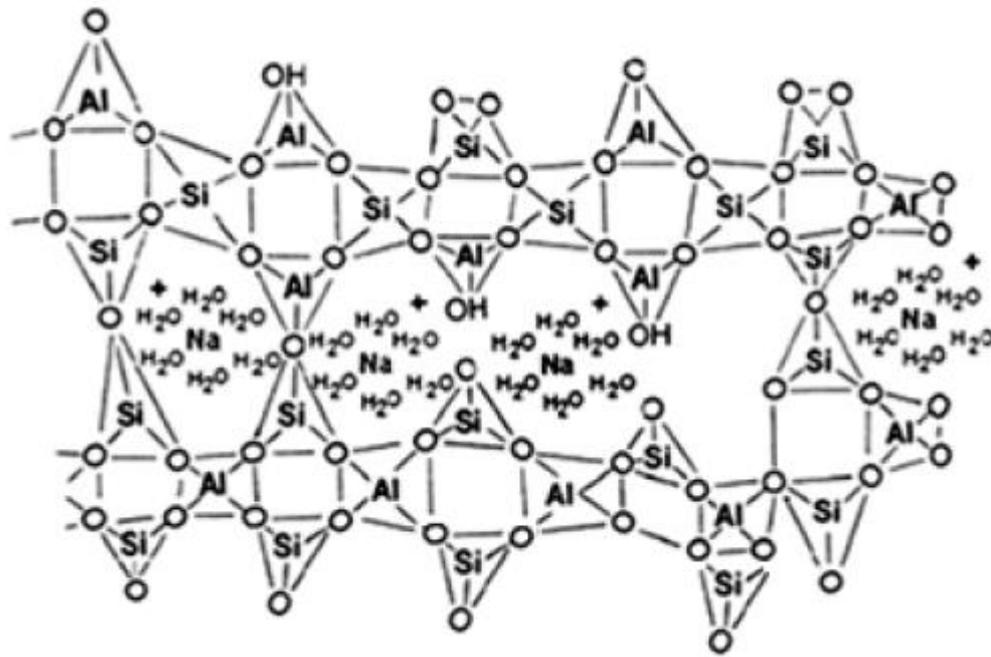


Figura 2: Redes Tetraédricas de Si e Al formadas por policondensação.

Fonte: Ramos (2017)

Os geopolímeros apresentam enorme potencial como fonte de produtos com amplo campo de aplicações, principalmente na área da construção onde competem significativamente com os produtos à base de cimento, pois trazem vantagens plausíveis, tais como, alta resistência inicial, baixa permeabilidade, excelente resistência a corrosão, durabilidade, baixo encolhimento, boa resistência ao ácido e ao fogo, o que os torna semelhantes aos materiais cimentícios (ARENAS et al., 2017; BENCARDINO; CONDELLO; ASHOUR, 2017; FAN et al., 2018; KARAKOÇ et al., 2016).

Os usos do geopolímero em processos construtivos vão desde a construção e reabilitação de estruturas até sistema de compósitos de reforço. Embora a crise do mundo da construção afete tanto o uso de cimento como o uso de geopolímeros, a quantidade e disposição de materiais utilizados na síntese desse segundo é superior a do que no cimento comum (ARENAS et al., 2017; BENCARDINO; CONDELLO; ASHOUR, 2017; LIU et al., 2013).

Há uma diversidade de materiais que são comumente utilizados na produção de geopolímeros, que geralmente apresentam baixo custo como é o caso das argilas caulínicas que se apresentam em abundância em diversas regiões ou podem ser

ate resíduos industriais como é o caso das cinzas volantes, escória de forno, cinza de fundo, entre outros (LIU et al.,2016; KARAKOÇ et al., 2015; BENCARDINO et al.,2016).

Além do que, os geopolímeros permitem em sua composição mineral, materiais que não apresentem elevado grau de pureza, desde que tenham sílica e alumina em sua composição de forma expressiva, o que possibilita o uso de uma gama de materiais que se apresentam nessas condições (REDDY; DINAKAR; RAO, 2016; SUKMAK; HORPIBULSUK; SHEN, 2013; YAN et al., 2015).

Dentre os insumos com maior potencial de aplicação destacam-se o caulim e as cinzas volantes e de fundo (ARENAS et al., 2017; DOUIRI et al., 2017; RAMASAMY et al., 2015). Estudos feitos mostram que no caso das cinzas há possibilidade de aplicação tanto na síntese do geopolímero como pode também ser usado na substituição do agregado miúdo, tanto na síntese de argamassa como na síntese de concretos geopoliméricos, o que gera grandes possibilidades de reuso desses resíduos.

1.2 Cinza de fundo

Uma das principais formas de obter materiais verdes e baratos é empregar resíduos industriais e subprodutos na fabricação de cimentos e aglomerantes. Relacionado a isso, observa-se que uma enorme quantidade de resíduos industriais sem destinação são produzidos em grande escala ano após anos, enquanto agregados qualificados para a produção de materiais cimentícios estão cada vez mais escassos (İLKENTAPAR et al., 2017; LIU et al., 2015;).

A geração de produtos residuais provenientes da combustão é um problema que implica tanto na saúde humana, como no meio ambiente. A cinza de fundo é um subproduto industrial que tem apresentado estes problemas, devido a produção em grande quantidade, o que gera dificuldades na eliminação tornando-se um grande problema no cenário atual (ARENAS et al., 2017; CABRERA et al., 2014; PROVIS, 2014; REDDY; DINAKAR; RAO, 2016; TOPÇU; TOPRAK; UYGUNOĞLU, 2014).

No método seco, a cinza seca é transportada, colocada e compactada nos locais de disposição; enquanto no método molhado, a cinza é misturada com quantidades suficientes de água e a cinza lama é, então, transportada através de

tubulações até lagoas. Este é um dos motivos pelos quais há um grande número de pesquisas sobre a reutilização dessas cinzas, principalmente na área da construção civil, já que estas apresentam boas propriedades pozolânicas. Uma breve descrição dos processos em forma de fluxograma para as olarias que foram analisadas é apresentada na figura 3. O fluxograma mostra a geração das cinzas volante e de fundo, sendo que a segunda aqui citada é gerada em maior quantidade que a primeira e de mais fácil acesso (BAJARE; BUMANIS; UPENIECE, 2013; CABRERA et al., 2014; DEMIS; TAPALI; PAPADAKIS, 2014; LESSARD et al., 2017).



Figura 3: Fluxograma do processo para geração de Cinzas.

Fonte: Adaptado Cabrera (2013)

Sabendo que a matéria-prima básica utilizada para a síntese de geopolímeros são minerais aluminossilicatos, cujas matérias-primas devem ser transformadas em forma reativa por várias horas de aquecimento aproximadamente 750 °C antes da síntese do geopolímero. A cinza de fundo é um grande potencial, pois é um material produzido a temperaturas próximas de 800 °C com tempo de detenção de poucas

horas, sendo assim, pode ser usado como material de geopolímero sem ativação, desse modo economizando energia e tornando o seu uso eficaz e sustentável (AM; RR; SA, 2017; CABRERA et al., 2014; WIANGLOR et al., 2017).

A quantidade e a qualidade da cinza produzida em uma usina são fortemente influenciadas pelas características da mesma e pela tecnologia de combustão que é utilizada no processo. Os resultados relatados na literatura são promissores quanto ao uso de cinzas de fundo como uma substituição de agregados finos parciais ou totais para areia natural (BERRA et al., 2014; CABRERA et al., 2013; LIU et al., 2013).

Das adições residuais com maior potencialidade de uso em geopolímeros destacam-se a cinza inferior proveniente da queima de madeira na fabricação de cerâmicas vermelhas. A reutilização dessa cinza de fundo é determinada, principalmente, pelas suas propriedades químicas e físicas, das quais se destacam a grande percentagem de dióxido de silício em sua composição (CAREVIĆ; BANJAD PEČUR; ŠTIRMER, 2017; CHOWDHURY; MISHRA; SUGANYA, 2015; HINOJOSA et al., 2014; MATALKAH et al., 2016; SINGH; SIDDIQUE, 2015).

1.3 Argamassa geopolimérica

Atualmente muitos materiais geopoliméricos vêm ganhando espaço no setor da construção civil, principalmente pelo fato de que, para esse âmbito é necessário materiais com propriedades específicas como rigidez, força, resistência, durabilidade entre outras características (LOGESH KUMAR; REVATHI, 2016). Um grande esforço em pesquisas científicas vem sendo feito a fim de utilizar os geopolímeros em diferentes aplicações, como concreto, argamassas e compósitos. (GÖRHAN; ASLANER; ŞINIK, 2016).

A argamassa de cimento é um material de reparo comumente usado, a viabilidade da argamassa geopolimérica, como substituto promissor da argamassa de cimento, tem sido amplamente discutida na literatura, autores relatam que o ativador alcalino do geopolímero apresenta forte ligação aos agregados finos usados nas argamassas (CHI; HUANG, 2013; ZHANG et al., 2016).

A argamassa geopolimérica produzida com mais de um material como precursor sólido em sua misturada está produzindo melhor resistência do que as argamassas geopoliméricas feitas com fonte única, por outro lado, alguns estudos concluíram que as cinzas possuem propriedades pozolíticas e cimentícias. E o teor de cálcio presente nessas cinzas tem influência significativa sobre as propriedades da mistura fresca e também nas propriedades do produto final endurecido (LI et al., 2013; LOGESH KUMAR; REVATHI, 2016; WONGSA et al., 2018).

Dentro dessa linha, muitos trabalhos sobre argamassas geopoliméricas com uso de geopolímeros a base de metacaulinita/cinzas vem sendo desenvolvidos. Esses materiais têm apresentado como propriedade mais notória uma alta de resistência inicial, tornando-o aplicável em diversas etapas construtivas (LI et al., 2013; PELISSER et al., 2013).

Por outro lado, estudos afirmam que existem poucas informações na literatura sobre sistemas de metacaulinita e cinza de fundo. Desse modo, como um esforço de pesquisa sobre o desenvolvimento de materiais verdes em engenharia civil, este trabalho descreve um estudo experimental da síntese uma argamassa geopolimérica, que tem como base o geopolímero de metacaulinita e como material de enchimento a cinza de fundo em substituição parcial ao agregado miúdo, tornando a esse novo material altamente sustentável e tecnicamente compatível com os demais materiais usuais no mercado atual.

Nesta perspectiva, o presente trabalho tem como objetivo geral sintetizar e caracterizar uma argamassa geopolimérica a base de metacaulinita e cinza de fundo. Para tanto se fez necessário a realização dos seguintes objetivos específicos:

Beneficiar e caracterizar os materiais precursores;

- Formular dosagem de geopolímeros a partir do ensaio de resistência por meio de planejamento experimental;
- Sintetizar a argamassa geopolimérica com base na dosagem ideal encontrada.
- Avaliar as propriedades da argamassa geopolimérica desenvolvida;

Desse modo, o trabalho aqui exposto está estruturado nos seguintes capítulos:

No capítulo 1 foi apresentada a introdução contendo uma breve revisão bibliográfica do tema.

O capítulo 2 traz a descrição de forma sucinta dos procedimentos metodológicos realizados neste trabalho, principalmente os detalhes técnicos não expressos no artigo científico que constitui os capítulos posteriores.

O capítulo 3 apresenta o artigo 1 desta dissertação, que aborda os estudos preliminares desta pesquisa, trazendo a síntese e caracterização de uma argamassa geopolimérica a base de metacaulinita e cinza de fundo, onde faz-se estudos sobre a substituição da areia de rio pela cinza de fundo em proporções variadas, identificando quais suas características mecânicas e de transportes, fazendo uma análise sobre a viabilidade de aplicações para estes materiais.

O capítulo 4 traz os resultados complementares da pesquisa e também de forma breve apresenta registros detalhados dos procedimentos usados nos ensaios mecânicos e físicos e expostos no artigo.

Por último no capítulo 5, são discorridas as conclusões e sugestões para próximas pesquisas, apresentadas pelo autor, de forma a integrar os capítulos.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os materiais, métodos e equipamentos usados para o desenvolvimento da argamassa geopolimérica a base de metacaulinita e cinza de fundo.

Para tanto, organizou-se um planejamento metodológico composto por seis etapas seqüenciadas cronologicamente com atividades e experimentos já realizados e a serem realizados. Conforme está exposto resumidamente na figura 4 a seguir.



Figura 4 – Etapas de atividades deste estudo.

A realização do presente estudo é dividida em duas fases em função dos materiais precursores dos geopolímeros. A primeira etapa visa determinar uma dosagem ideal para geopolímeros à base da argila caulínica da região, e a segunda etapa objetiva a aplicabilidade desse material, adotando a dosagem ideal, corrigindo parâmetros físicos e químicos para sintetizar uma argamassa geopolimérica a partir de metacaulinita e cinza de fundo.

2.1 Materiais

Os materiais utilizados para síntese do geopolímero à base de metacaulinita e para a síntese da argamassa geopolimérica, estão reunidos na Figura 5.

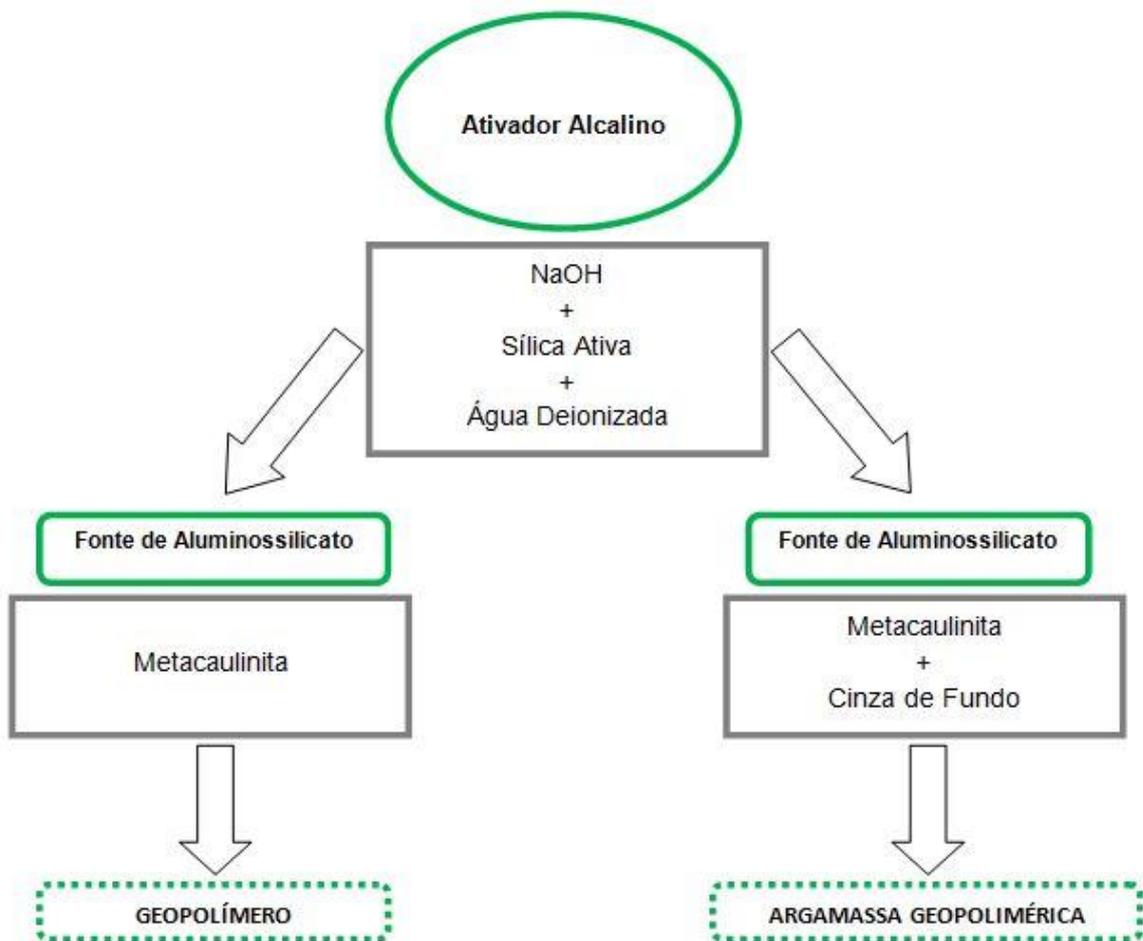


Figura 5 – Esquema de Materiais utilizados no experimento.

A argila caulínica utilizada no presente estudo é proveniente do município de Novo Airão, que fica a 47 quilômetros da cidade de Manaus no estado do Amazonas, cujo as coordenadas são: (3°9'42.4"S 60°42'28.6"W), conforme mostra o mapa de localização e geologia da área na figura 6

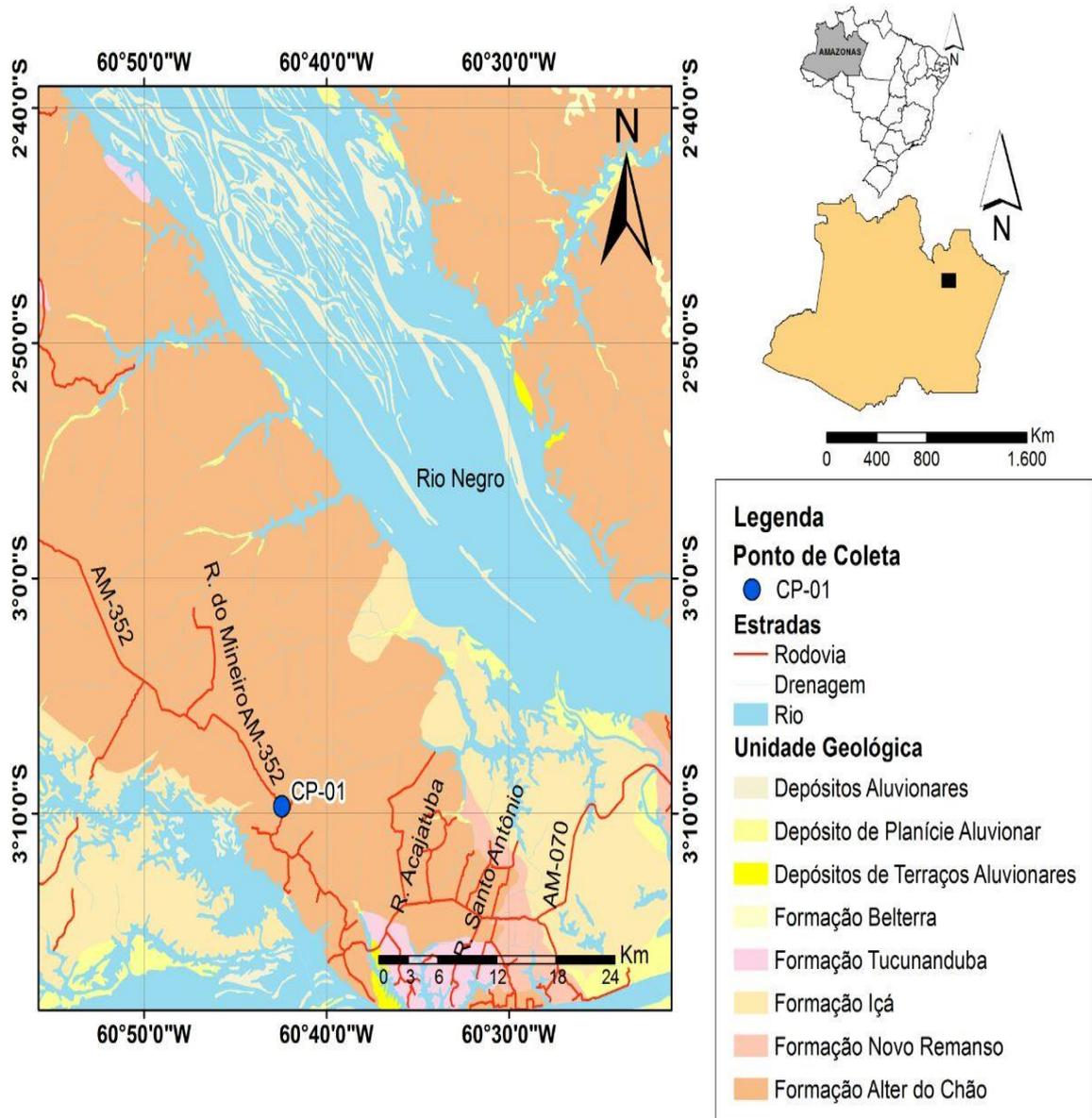


Figura 6 – Mapa geológico e localização do ponto de coleta da argila caulínica no estado do Amazonas.

A obtenção da metacaulinita ocorreu mediante calcinação do caulim (DAVIDOVITS, 2013), onde ocorrem diversas mudanças referentes a coloração e estrutura química, a alteração de coloração causada pela calcinação pode ser vista nas figuras 7 e 8.

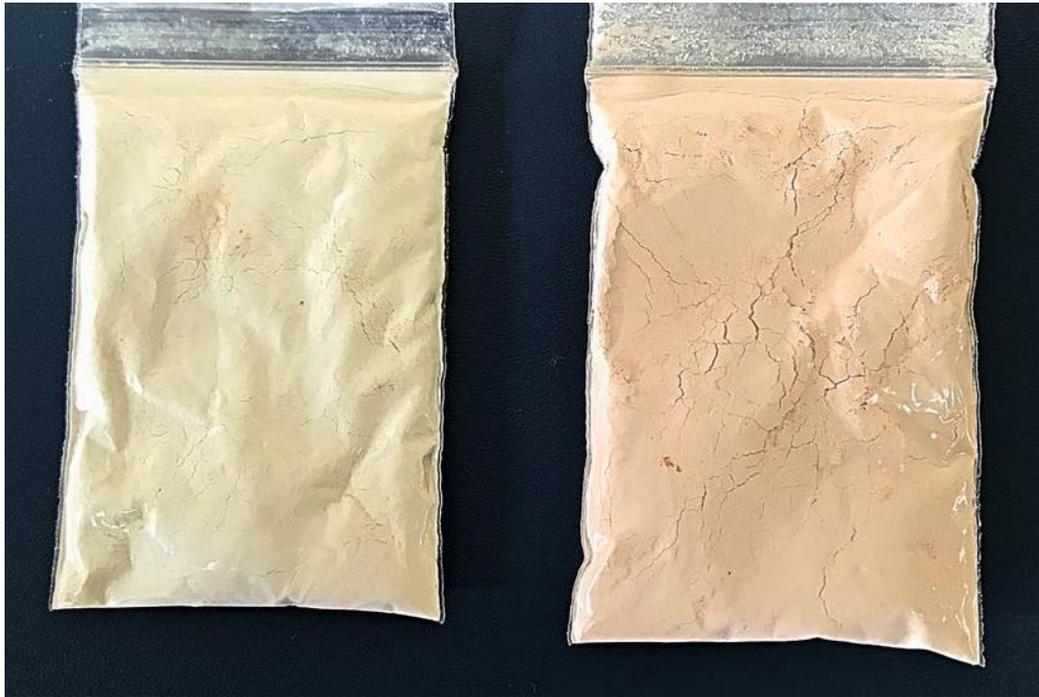


Figura 7 – Efeito da calcinação na cor das argilas.



Figura 8 – Metacaulinita

As composições químicas da metacaulinita, expressas em quantidade percentual de óxidos, foram determinadas por fluorescência de raios X (FRX) e estão listados na tabela 1.

Tabela 1: Composição química (%) da metacaulinita.

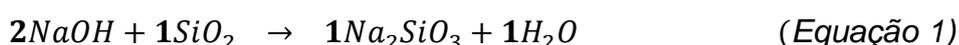
Composição química	MKL (%)
SiO ₂	52,95
Al ₂ O ₃	42,29
Fe ₂ O ₃	1,76
CaO	0,10
TiO ₂	1,12
K ₂ O	0,12
P ₂ O ₅	0,47
Outros	0,19

Através da determinação da composição química foi possível constatar que a argila apresenta grande potencial de uso para a produção do geopolímero, visto que apresentou alto teor de Al₂O₃ e SiO₂. Reddy *et al.* (2016) afirmou que a composição química da fonte aluminossilicato tem forte influência sobre a resistência apresentada pelo geopolímero, por isso a importância da análise desses óxidos.

Após a calcinação do caulim, a metacaulinita produzida passou por um ensaio de peneiramento das partículas em peneiras com diâmetro de 300 µm.

Utilizou-se o silicato de sódio como ativador alcalino, composto de NaOH, sílica ativa e água deionizada. O NaOH com 98% de pureza foi obtido na forma de escamas na região comercial da cidade de Manaus. A sílica ativa composta por 96,71% por SiO₂ na forma amorfa foi doada pela concreteira SuperMix da cidade de Porto Velho- RO e possui diâmetro máximo de 300 µm. A água deionizada foi obtida nos laboratórios de química da Universidade Federal do Amazonas.

O silicato de sódio foi preparado estequiometricamente conforme equação 1.



A dissolução foi realizada a quente, utilizando água deionizada à 90°C em banho Maria, conforme figura 9, durante um período de quinze minutos no intuito de promover maior grau de dissolução.



Figura 9 – Banho maria utilizado para a preparação do ativador alcalino

A cinza de fundo empregada nesse estudo foi coletada na fábrica de tijolos denominada: CERÂMICA RIO NEGRO no município de Iranduba (Manaus, Amazonas.)

O material representado pela Figura 10 passou por lavagem e processo de decantação para retirada do excesso de areia e matérias orgânicas. Em seguida o material foi seco em estufa à 105 °C até manutenção da massa constante, depois realizou-se a moagem mecânica em moinho de bolas por um período de três horas com frequência de 40 RPM. Por fim o material foi peneirado de modo a descartar as partículas com diâmetro maior que 150 µm.



Figura 10 – Cinza de fundo oriunda de olaria após beneficiamento

As composições químicas da cinza de fundo, expressas em quantidade percentual de óxidos, foram determinadas por Fluorescência de Raios X (FRX) e estão listados na tabela 2.

Tabela 2: Composições químicas (%) da cinza de Fundo

Composição química	Cinza de Fundo
CaO	35,17
Al ₂ O ₃	32,75
MgO	13,41
SiO ₂	7,64
K ₂ O	4,12
P ₂ O ₅	3,26
Fe ₂ O ₃	1,84
SO ₃	0,62
Outros	0,57

O agregado miúdo utilizado na preparação das misturas de argamassa foi uma areia comercial da região, de granulometria fina, passante em peneira da ABNT n° 50 – 300 µm, conforme sugerido pela literatura (ASTM, 2010a; İLKENTAPAR et al., 2017; KHANDELWAL et al., 2013; LOGESH KUMAR; REVATHI, 2016).

Singh *et al.* (2015) apresentaram um estudo sobre o uso de agregados finos em materiais cimentícios e a substituição parcial destes agregados por cinzas, foi possível perceber que além de atuar no combate à retração do material, a adição de areia fina reduziu o custo do produto final e permitiu bons resultados quando usado com cinzas variadas.

O uso de agregados finos em sínteses de argamassas geopoliméricas é comum (PELISSER et al., 2013; WIANGLOR et al., 2017) e a partir da análise embasada em trabalhos anteriores, foi dada a escolha da areia usada, conforme mostrado na figura 11.

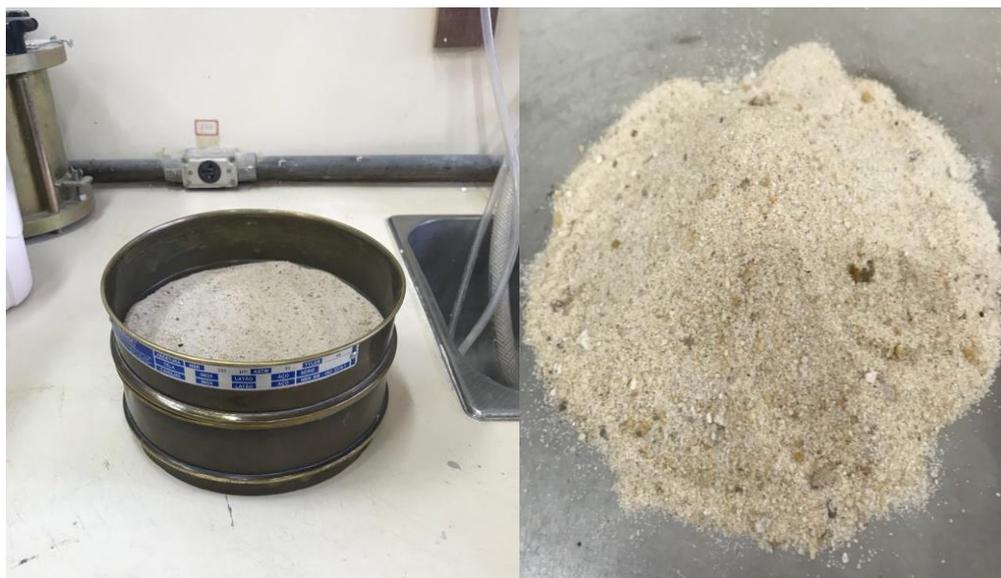


Figura 11 – Agregado Miúdo utilizado

2.2 Delineamento experimental e análise estatística

Devido à complexidade que a formulação do geopolímero e da argamassa geopolimérica apresentam, um delineamento experimental foi feito inicialmente para o geopolímero de metacaulinita de modo a analisar seus resultados e dá aplicação na argamassa produzida posteriormente.

Posteriormente, determinou-se estatisticamente se as variações obtidas foram significativas para a utilização do geopolímero previamente produzido na síntese de argamassas geopoliméricas.

Utilizando-se da análise de variância (ANOVA) com seus respectivos gráficos, possibilitando obter a superfície de resposta da análise estudada, a fim de determinar a dosagem ótima para o experimento.

O delineamento experimental da pesquisa consistiu em um planejamento 3^2 , considerando os fatores “Razão Sílica e Alumina” e “Molaridade do NaOH”. A análise estatística foi realizada utilizando programa Statistic 10, para verificação de interação entre os fatores e suas significâncias.

O delineamento adotado para a produção do geopolímero de Metacaulinita encontra-se representado na figura 12

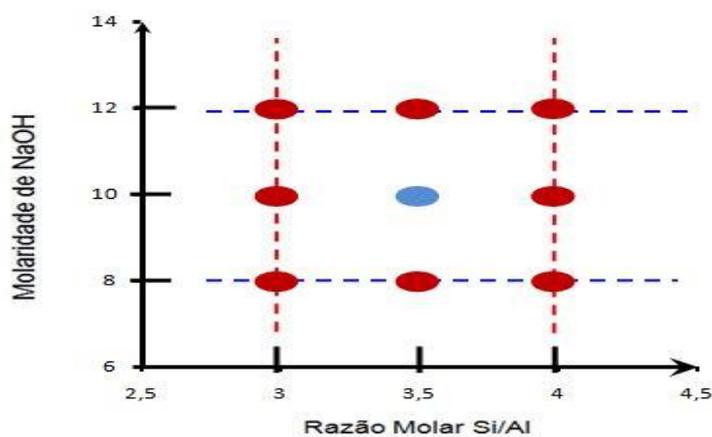


Figura 12– Delineamento Experimental

2.3 Determinação da dosagem ótima

Para posterior síntese de argamassas geopoliméricas, fez-se necessário a determinação da dosagem ótima do geopolímero a base de metacaulinita.

Desse modo, foi tomado o planejamento experimental de 3^2 , onde as duas variáveis controladas são, a relação molar de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e a molaridade de NaOH respectivamente. Na Tabela 3 estão representados os três níveis analisados variam em (3,0), (3,5) e (4,0) para a relação Si/Al e a Molaridade sofreu variação (8,0), (10) e (12), e os fatores adotados para cada uma das variações.

Tabela 3: Variações e Fatores adotados

RAZÃO $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$	FATOR	MOLARIDADE DO NaOH	FATOR
3,0	-1	8,0	-1
3,5	0	10	0
4,0	1	12	1

A variável resposta analisada neste estudo é a resistência á compressão, onde foram ensaiados 27 corpos-de-prova, sendo que do número total, 9 corpos de prova foram combinados seguindo os parâmetros escolhidos e os outros 18 são as triplicatas.

Os ensaios de compressão foram realizados quando completaram 7 dias de cura dos corpos de prova. As médias dos resultados obtidos através dos ensaios estão apresentadas na Tabela 4, a mesma tabela também apresenta a matriz utilizada e o desvio padrão por media de amostra, ambas para analisar as interações entre as variáveis e para o calculo de seus efeitos.

As dosagens foram representadas pela abreviação GP (geopolímero) seguidas de suas respectivas proporções (3/8, 3,5/8, 3,5/12 e 4/12) com intuito de facilitar o entendimento da análise.

Tabela 4 : Matriz e respostas médias por amostra

AMOSTRA	VARIÁVEIS		INTERAÇÃO	MÉDIAS DAS RESISTÊNCIAS (Mpa)	DESVIO PADRÃO
	RELAÇÃO SI/AL	MOLARIDADE			
GP(3/8)	-1	-1	1	31,69	4,92
GP(3,5/8)	0	-1	0	43,78	3,13
GP(4/8)	1	-1	-1	0,0	0,0
GP(3/10)	-1	0	0	13,11	6,53
GP(3,5/10)	0	0	0	26,11	5,64
GP(4/10)	1	0	0	22,03	1,64
GP(3/12)	-1	1	-1	6,21	2,41
GP(3,5/12)	0	1	0	9,97	3,41
GP(4/12)	1	1	1	13,69	6,56

A dosagem GP(3,5/8) foi a que se mostrou mais eficiente e apresentou a maior resistência, chegando a média de 43 Mpa, a dosagem menos eficiente apresentada foi a GP(4/8) que devido a baixa relação água material seco não foi possível homogeneizar a mistura de modo a obter a pasta de geopolímero, e por isso foi adotado o valor de zero como resultado da resistência.

Conforme pode ser observado na tabela anterior, os maiores desvios encontrados são das amostras GP (3/10) com 6,53 de desvio e GP (4/12) com 6,56 de desvio, o que indica que a maior parte das amostras apresenta valores bem próximos das médias, pois quanto mais baixo o desvio, mais próximo do valor esperado. Dessa forma, a resposta que se espera obter a partir dos gráficos de superfície resposta, é a melhor dosagem que pode ser aplicada para obter a melhor resistência a compressão.

Os gráficos de superfície resposta em 2D e 3D, estão apresentados nas Figuras 13 e 14 respectivamente e na Tabela 5 é apresentado os resultados da análise de variância (ANOVA) para o experimento.

Tabela 5: Análise de variância (ANOVA)

FATOR	GL	SOMA DOS QUADRADOS	SOMA DAS MÉDIAS	TEST-F	P-VALOR
SiO ₂ / Al ₂ O ₃	2	362, 919	181, 4596	0,902	0,474
MOL NaOH	2	334, 938	167, 4692	0,833	0,498

A análise de variância foi usada para analisar como as variáveis se relacionam, dessa forma é possível perceber através da análise feita que os fatores apresentam significância, pois seus valores estão acima do valor de P-valor adotado que é 0,05, com nível de significância de 95%.

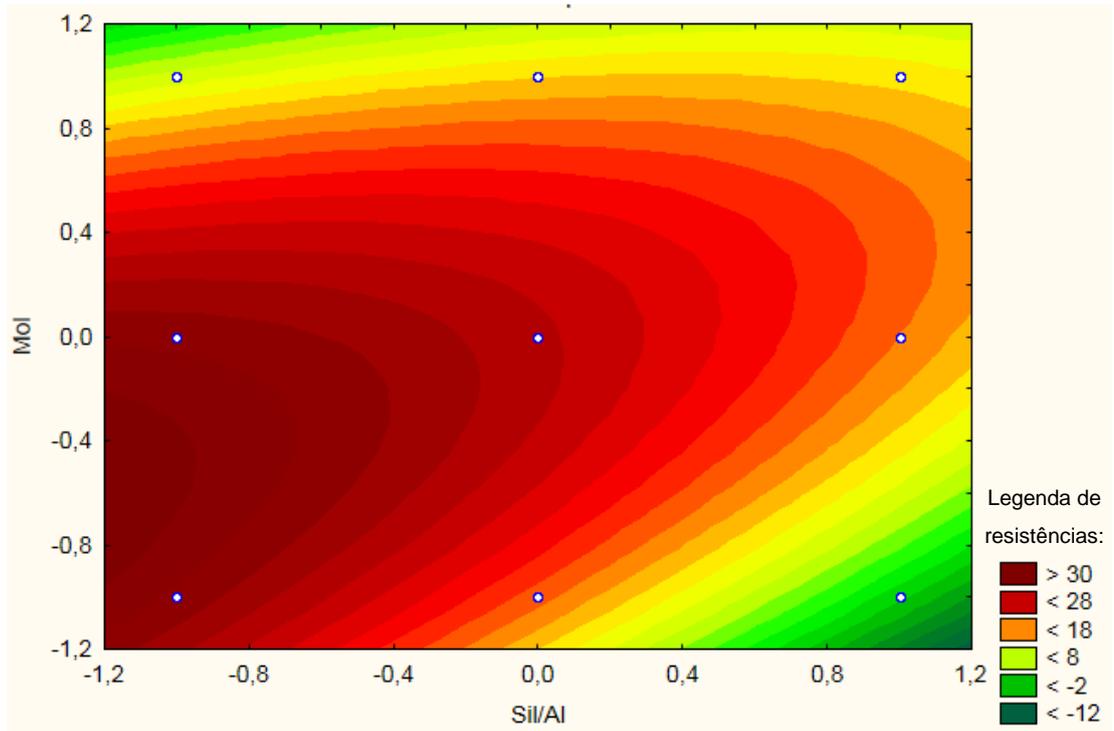


Figura 13 – Gráfico resposta de melhor dosagem - 2D

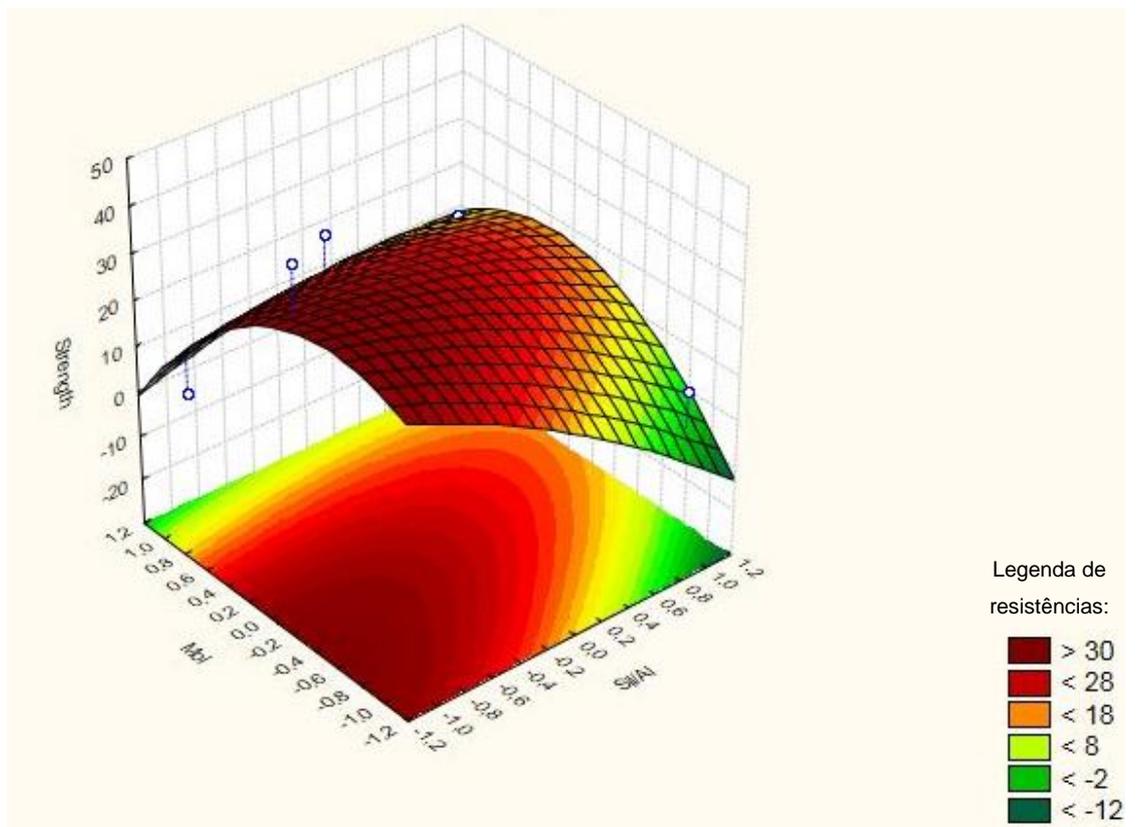


Figura 14 – Gráfico resposta de melhor dosagem - 3D

De acordo com a superfície resposta, observa-se que quanto menores as proporções dos fatores nas amostras, maior é a resistência apresentada pelo geopolímero. É possível verificar que os melhores valores de resistência a compressão estão compreendidos na faixa de razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 < 3$ e que possuem molaridade entre 8 e 10.

Conforme (YAN et al. 2016), as razões $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e a proporção do NaOH afetam de maneira significativa as propriedades de um geopolímero, faz-se necessário portanto a definição de uma proporção ótima, afim de se trabalhar dentro das melhores condições.

Nesse contexto, é possível também através do programa de estatística (*Statistica 10; Critical Values*), estimar a dosagem ótima para o experimento. Após a análise constatou-se que a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sugerida é de 2,8 com molaridade de 9,8, conforme Tabela 6.

Tabela 6: Dosagem ideal indicada para o experimento

FATOR	Dosagem Mínima	Dosagem Ótima	Dosagem Máxima
$\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$	3,00	2,835	4,00
MOL NaOH	8,00	9,790	12,00

Conforme análise da tabela de dosagens a dosagem em vermelho indica que a proporção de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ encontra-se fora da faixa definida e analisada nesse primeiro experimento, sendo necessário posteriormente uma mudança de parâmetros para gráficos mais precisos.

Grande parte da literatura recomenda entre 3 e 4 de razão molar para a razão sílica e alumina (GARCIA-LODEIRO et al., 2014; SARKAR; DANA; DAS, 2015b), porém os autores (PELLISSER et al., 2013; YAN et al., 2016) em seus trabalhos sugerem essa razão entre 2,4 a 2,87.

A definição dessa proporção pode está associada à origem geológica da caulinita utilizada no experimento, pois conforme citado anteriormente, Reddy *et al.*(2016) afirma em seu estudo que a composição dos precursores utilizados influenciam fortemente na resistência a compressão de concretos geopoliméricos.

Os estudos que consideram faixa ideal entre 3 e 4, não são estudos regionais, o que justifica os dados encontrados, pois apontam que estão diretamente relacionados ao aspecto geológico, porém faz-se necessário outras análises mineralógicas para a confirmação dessa possível constatação.

2.4 Síntese da argamassa geopolimérica

Baseado nas análises do geopolímero feitas previamente produzir-se uma argamassa geopolimérica, fazendo substituição parcial do agregado miúdo por cinza de fundo em 25%, 50% e 100%. Os parâmetros fixados para o geopolímero base da argamassa são: a) razão molar entre sílica e alumina igual à 2,8; e b) molaridade de hidróxido de sódio foi de 9,8 molar, conforme análise estatística onde foi determinado essa dosagem como sendo a ideal.

Para a produção da argamassa geopolimérica utilizou-se o seguinte procedimento de preparação. Fez-se a separação dos materiais em recipientes de inox nas medidas adequadas, conforme mostra figura 15.



Figura 15 – Separação dos Materiais secos (MK, Cinza e Areia)

O silicato de sódio foi preparado a quente conforme eficiência comprovada em experimentos anteriores e a razão de H_2O /Metacaulinita será de 0,75g. Em béquer plástico depositou-se o precursor líquido da mistura, figura 16, onde em seguida foi acionado o misturador de eixo vertical, ilustrado na figura 17, com rotação de 420 RPM.



Figura 16 – Precursor Líquido em béquer



Figura 17 – Misturador de eixo vertical

Os componentes do geopolímero serão misturados cuidadosamente conforme esquema de preparo apresentado na figura 18.

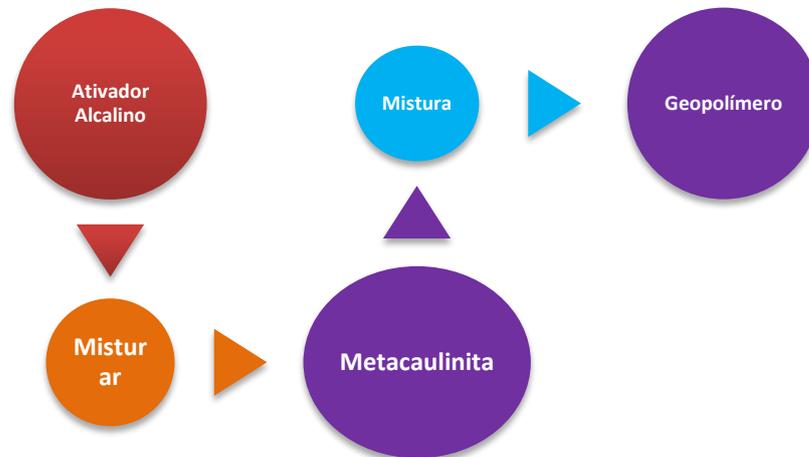


Figura 18 – Esquema de mistura do geopolímero

Após esse processo os componentes da argamassa serão adicionadas ao misturador, o líquido alcalino foi inicialmente misturado com a metacaulinita por 1 min para que atingisse a homogeneidade. Em seguida a areia de rio foi adicionada gradativamente e misturada por 2 min até homogeneizar, por fim a cinza de fundo foi adicionada e a mistura continuou por mais 4 min até alcançar a homogeneização. (AM; RR; SA, 2017; PELISSER et al., 2013; WIANGLOR et al., 2017)

O esquema de mistura para a obtenção da argamassa geopolimérica está representada na Figura 19



Figura 19 – Esquema de mistura da argamassa

A argamassa foi moldada em moldes cúbicos de 50 x 50 x 50 mm em silicone conforme a ASTM C109/C109M (ASTM, 2010b) e como mostra a figura 20. A moldagem dos corpos de prova foi realizada imediatamente após a mistura do geopolímero.

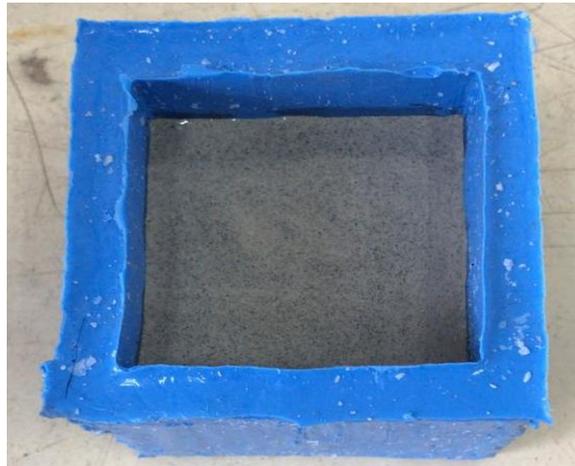


Figura 20 – Moldes cúbicos (5x5x5) mm

Após a moldagem foi utilizado um agitador de peneiras (Figura 21) para vibração por um minuto, com o intuito de evitar bolhas de ar no geopolímero e melhor compactação das misturas.



Figura 21 – Vibração dos CPs

As argamassas foram curadas em condições ambientais normais de temperatura à $30\pm 5^{\circ}\text{C}$, conforme figura 22.



Figura 22– Cura dos CPs em temperatura ambiente

Os corpos de provas foram desmoldados após 72h como mostrado na figura 23 e conforme sugerem diversos autores, que comprovam que a desmoldagem antes desse período causa fraturas nas argamassas. (PELISSER et al., 2013; WIANGLOR et al., 2017)

Os corpos de prova foram feitos em triplicadas para cada composição e submetidos aos ensaios aos 7 dias de idade.

2.5 Técnicas de caracterização

Com o objetivo de caracterizar tanto os materiais utilizados como matéria-prima dos experimentos, como também a própria argamassa geopolimérica de metacaulinita e cinza de fundo, foram determinados uma série de ensaios tecnológicos para caracterizar-los, conforme resumo ilustrado na Tabela 7.

Tabela 7 – Esquema de ensaios realizados seus objetivos

Técnica	Objetivo	Equipamento
Propriedades Microestruturais		
Fluorescência de raios X	Quantificar o percentual, em óxidos, dos elementos das argamassa e do geopolímero	Espectrômetro da marca <i>PANalytical</i> e modelo <i>EPSILON 3^x</i>
Difratometria de raios X	Identificar qualitativamente fases cristalinas e amorfas	Difratômetro de raiosx <i>PANalytical</i> modelo <i>Empyrean</i>
TG/DTA	Determinar a temperatura de calcinação e observar o comportamento térmico	<i>TA Instruments</i> , modelo <i>SDT Q600</i>
Propriedades Mecânicas		
Resistência a Compressão	Determinar a Resistência Compressiva	Prensa Hidraulica
Análises Realógicas		
Tempo de Pega	Determinar o tempo de início de fim da pega da argamassa geopolimérica	aparelho de Vicat
Viscosidade	Classificar as argamassas conforme sua viscosidade	-
Análises Complementares		
Absorção e Pososidade	Determinar o tempo de início de fim da pega do geopolímero	-

Nos subitens a seguir são descritos como foram realizados os ensaios de caracterização.

2.5.1 Fluorescência de raios X – FRX

De forma a determinar a composição química em quantidades de óxidos dos materiais, fez-se uso da técnica de Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX) por energia dispersiva em um espectrômetro da marca *PANalytical* e modelo *EPSILON 3^x* (Figura 24), pertencente ao Laboratório de Materiais da Amazônia e Compósitos – LAMAC, da Universidade Federal do Amazonas.



Figura 23 – Espectrômetro utilizado

2.5.2 Difractometria de raios X – DRX

Foi realizado para caracterização mineralógica, identificação dos argilominerais e verificação da efetividade da calcinação. As medidas foram realizadas em temperatura ambiente, em um difratômetro de raiosx PANalytical modelo Empryan (Figura 25), pertencente ao Laboratório de Materiais (LabMat) da Universidade Federal do Amazonas. Para tanto o equipamento operou com radiação cobre (Cuka $\lambda=1,54\text{\AA}$), potência de 40kV, corrente de 40mA e 2θ variando entre 5° e 70° .



Figura 24 – Difratômetro usado na análise

2.5.3 Análises térmicas – TG/DTA

Foram realizadas a Análise Termogravimétrica (TG) e a Análise Térmica Diferencial (DTA) em um equipamento marca TA Instruments, modelo SDT Q600 (Figura 26), do Laboratório de Materiais da Amazônia e Compósitos – LAMAC, da Universidade Federal do Amazonas.

Em todas as análises foram adotados os seguintes procedimentos: cerca de 10 mg de material foram depositadas em um cadinho de alumina, de 90 microlitros, sem tampa. Tal recipiente foi inserido no equipamento que, por sua vez, operou a uma taxa de aquecimento de 10 °C por minuto, até 1200 ° C, com fluxo de gás Nitrogênio 5.0, de 30 mililitro por minuto.

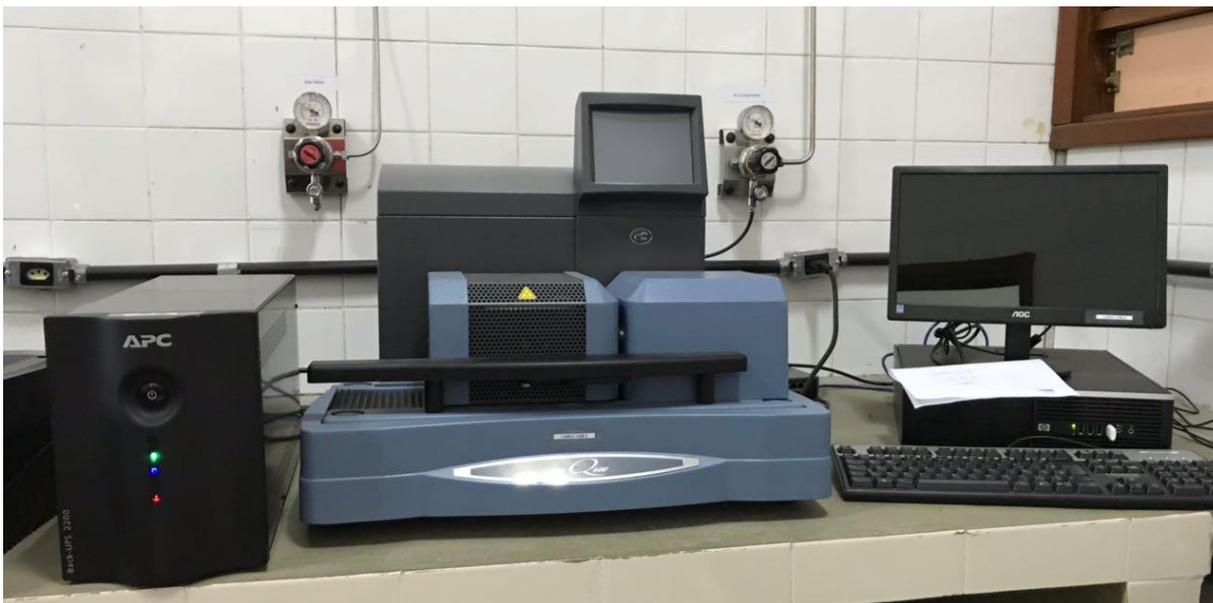


Figura 25 – Equipamento utilizado nas análises térmicas

2.5.4 Tempo de pega

Este ensaio seguiu o método estabelecido pela norma ASTM C191 (ASTM, 2013a), utilizando o aparelho de Vicat (Figura 27), o material ainda em estado fresco, foi submetido a essa análise.

Resumidamente o procedimento consiste em depositar a pasta de geopolímero no dispositivo padrão na base do aparelho abaixo da agulha de penetração, em seguida a cada um minuto, abaixa-se suavemente a agulha até que contato desta com a pasta; aguarda-se dois segundos nessa posição, para então soltar as partes móveis, tal que permita a agulha penetrar verticalmente na pasta de geopolímero.

Por fim, anota-se a indicação da escala; levanta-se a agulha de penetração, retira-se o excesso de material e repete o procedimento até quando a agulha não mais penetrar na pasta geopolimérica.

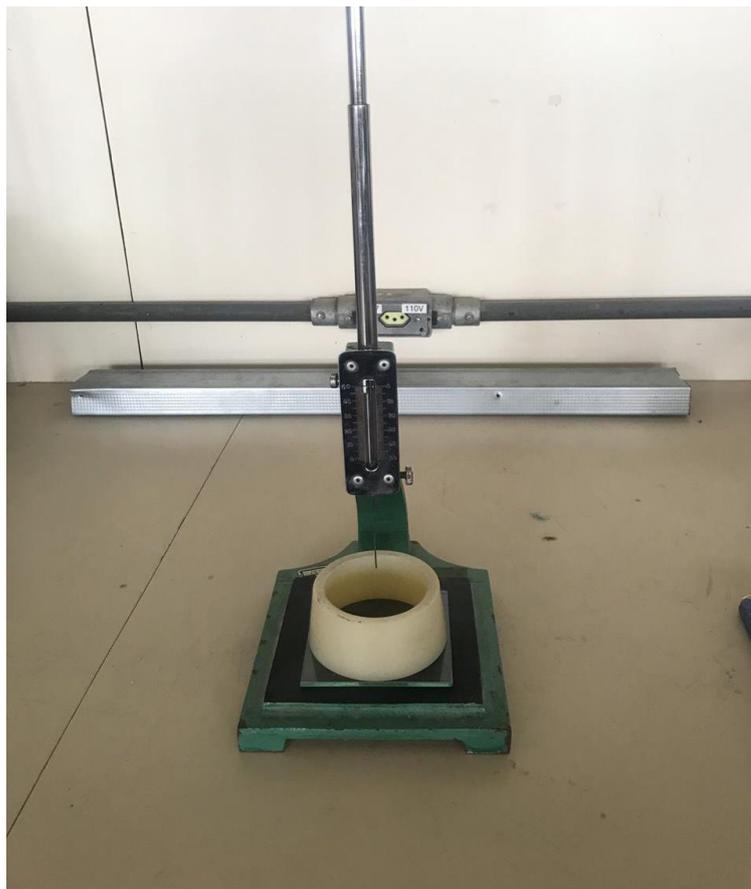


Figura 26 – Aparelho de Vicat

2.5.5 Absorção de água

Será determinada baseando-se na norma ASTM C1585 (2013), no qual será também determina o volume total de vazios utilizando-se geopolímero no estado endurecido conforme norma ASTM C642 (2013).

O procedimento destaca que devem ser considerados os valores de massa do corpo-de-prova seco em temperatura ambiente, em estufa à 110°C, saturado em água por imersão por um período de 48 horas e saturada e levemente úmido.

2.5.6 Consistência da Argamassa

Será determinada baseando-se na norma ASTM C1437 (2015), no qual será determinada a consistência das argamassas submetidas. A análise foi realizada ainda com o material ainda em estado fresco. Para o ensaio foi utilizado uma mesa de abatimento, molde de aço padrão e paquímetro para medir os diâmetros obtidos.

O procedimento é caracterizado por usar despejar o material ainda em estado fresco dentro do molde de aço e efetuar seu nivelamento, após isso se levanta suavemente o molde e aguarda a estabilização da argamassa. Após isso efetua 25 bateladas em 15 segundos, usando a mesa de abatimento (Figura 28) e ao fim, mede-se o diâmetro final da argamassa.



Figura 27 – Mesa de abatimento

2.5.7 Resistência à compressão

O comportamento mecânico do geopolímero foi medido pelo ensaio de resistência a compressão axial nas idades de 7 e 28 dias, baseando-se na norma ASTM C109 (2016), no qual será utilizado corpos-de-prova cúbicos de 50 mm de aresta. O ensaio foi realizado no laboratório da concreteira Konkrex em Manaus em

uma prensa hidráulica (Figura 29) que aplica uma carga uniforme entre 900 e 1800 N/s.

Resumidamente o procedimento consiste em preparar cuidadosamente os corpos-de-prova de acordo com as instruções normativas, registrar as dimensões da amostra antes do teste, certificar se o corpo-de-prova está centrada na base, executar o ensaio na taxa de carga especificada, registrar a carga máxima total, e calcular a resistência à compressão com base na carga e nas dimensões das amostras.



Figura 28 – Prensa Hidráulica utilizada

3. ARTIGO 1

O presente artigo será submetido à *Construction & Building Materials* das Engenharias I (ISSN 0950-0618), com classificação da produção intelectual Qualis A1 conforme critérios estabelecidos pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e fator de impacto de 3.169 para o ano base 2016 segundo o critério de classificação da *Journal Citations Reports* (JCR).

PROPRIEDADES MECÂNICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DE ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS A BASE DE METACAULÍNICA E CINZA DE FUNDO

Sara dos Santos Santarém ^{a*}, Raimundo Kennedy Vieira^a,
^aFederal University of Amazonas – Faculty of Technology, Graduate Program in Civil Engineering, Gal. Rodrigo Otávio Jordão Ramos Av., 3000, 69077-001
Manaus, AM, Brazil.

Resumo

O presente artigo avaliou as propriedades mecânicas e físico-químicas de argamassas geopoliméricas, a fim de verificar sua possibilidade de utilização em processos construtivos. Uma metacaulinita foi utilizada como matéria-prima na preparação das argamassas geopoliméricas e a cinza de fundo foi usada como material de substituição a areia de rio em diferentes proporções. A metacaulinita foi feita de argila caulínica caucinada a 750°C durante 4 horas em forno laboratorial. A areia de rio foi substituída na mistura por cinza de fundo em proporções de 25%, 50% e 100%. Utilizou-se uma solução de NaOH 10M na preparação das amostras e a razão Si/Al usada foi 3. As argamassas foram moldadas em moldes cúbicos de 50x50x50 mm. Posteriormente, as amostras foram curadas em temperatura ambiente e desmoldadas após 72 horas e mantidas em laboratórios até o dia dos ensaios físicos e mecânicos. Foram utilizadas amostras de 7 dias para os testes. A consistência, resistência à compressão, porosidade e absorção de água foram medidas. Os resultados indicaram que a substituição da areia de rio pela cinza de fundo acima de 50% melhora a resistência a compressão das argamassas geopoliméricas. A absorção e a porosidade das amostras aumentam proporcionalmente ao aumento da substituição. Também foi observado o aceleração do início da pega conforme o aumento do percentual de substituição da areia pela cinza de fundo. De forma geral, constatou-se que a utilização da cinza de fundo em substituição da areia de rio em argamassa geopoliméricas é uma alternativa viável tanto para o âmbito sustentável e econômico, como na utilização em processos construtivos.

Palavras-chave: Geopolímero; Argamassa geopolimérica; Resistência à compressão; Cinza de Fundo, metacaulinita; propriedades físicas.

Abstract

The present article evaluated the mechanical and physico-chemical properties of geopolymeric mortars in order to verify their possibility of use in construction processes. A metacaulinite was used as raw material in the preparation of the geopolymeric mortars and the bottom ash was used as replacement material for river sand in different proportions. The metacaulinite was made of kaolinite clay caucinated at 750°C for 4 hours in a laboratory oven. River sand was replaced in the mix by bottom ash in proportions of 25%, 50% and 100%. A 10M NaOH solution was prepared in the sample preparation and the Si / Al ratio used was 3. The mortars were cast in 50x50x50 mm cubic molds. Subsequently, the samples were cured at room temperature and unmolded after 72 hours and kept in laboratories until the day of the physical and mechanical tests. Samples of 7 days were used for testing. The consistency, compressive strength, porosity and water absorption were measured. The results indicated that the substitution of river sand by the bottom ash above 50% improves the compressive strength of the geopolymeric mortars. The absorption and the porosity of the samples increase proportionally to the increase of the substitution. It was also observed the acceleration of the beginning of the handle as the percentage of substitution of the sand by the bottom ash increased. In general, it was verified that the use of the bottom ash in substitution of the river sand in geopolymeric mortar is a viable alternative both for the sustainable and economical scope, as well as in the use in constructive processes.

Keywords: Geopolymer; Geopolymer mortar; Compressive strength; Background Gray, metacaulinite; physical properties.

1. INTRODUÇÃO

A crescente preocupação ambiental atual devido ao uso intenso de Cimento Portland (CP) no setor da construção apresenta-se como uma das principais motivações para a busca de materiais alternativos e sustentáveis (PELISSER et al., 2013). Recentemente, uma nova classe de materiais verdes e inovadores com propriedades cimentícias denominado geopolímero, emergiram e ganharam espaço no âmbito da construção, devido ao seu grande potencial de substituição ao Cimento Portland (LI et al., 2013; RASHAD, 2013a). O Geopolímero é geralmente a base de um material rico em Silica e Alumina e um ativador alcalino, sua formação se dá por meio de uma reação química denominada Geopolimerização (DAVIDOVITS, 2013). Estudos prévios comprovam excelentes propriedades apresentadas pelos Geopolímeros, tais como, alta resistência a compressão inicial, durabilidade, boa resistência ao fogo e pouca presença de patologias (BENCARDINO; CONDELLO; ASHOUR, 2017; LI et al., 2013).

Esforços crescentes têm sido feitos a fim de utilizar os geopolímeros em diferentes aplicações, dentre essas aplicações destacam-se a utilização dos geopolímeros para a produção de argamassa geopolimérica, destaque dado por esta apresenta viabilidade para substituição da argamassa com cimento Portland.(CHI; HUANG, 2013; ZHANG et al., 2016) Dentro dessa linha, muitas pesquisas sobre a síntese de argamassas geopoliméricas fazendo uso de cinzas variadas vem sendo desenvolvidos, já que conforme afirmação de alguns autores, as argamassas com produzidas com mais de um material exibem melhor resistência que as produzidas com fonte única. (LOGESH KUMAR; REVATHI, 2016; WONGSA et al., 2018)

Por outro lado, a maioria dos estudos faz menção principalmente ao uso de Cinzas volantes (AM; RR; SA, 2017; ARENAS et al., 2017; GÖRHAN; ASLANER; ŞINIK, 2016; RICKARD; KEALLEY; RIESSEN, 2015; SUKMAK; HORPIBULSUK; SHEN, 2013; VANCHAI et al., 2016), ainda há poucos estudos fazem utilização de cinza de fundo incorporada ao preparo desse material. As cinzas de fundo apresentam alto percentual de dióxido silício em sua composição e atualmente possui pouca destinação, o que reforça a necessidade de um estudo aprofundado, para novas possibilidades de uso. Os Resultados relatados em literaturas são

promissores quanto ao uso de cinza de fundo como substituição de agregados finos (BAJARE; BUMANIS; UPENIECE, 2013; CABRERA et al., 2014; FAN et al., 2018).

Neste estudo objetivou caracterizar as propriedades mecânicas de argamassas geopoliméricas a base de metacaulinita. De forma a tornar o material mais sustentável e de baixo custo, foi utilizado cinza de fundo proveniente de olarias regionais para substituir a areia fina em proporções de 25%, 50% e 100%. Assim, esperamos que este estudo estabeleça uma base para a utilização da cinza de fundo e metacaulim amazônico na produção de produtos geopoliméricos, reduzindo o consumo do Cimento Portland, apresentando custo acessível e a dando ênfase a valorização das argilas cauliniticas regionais.

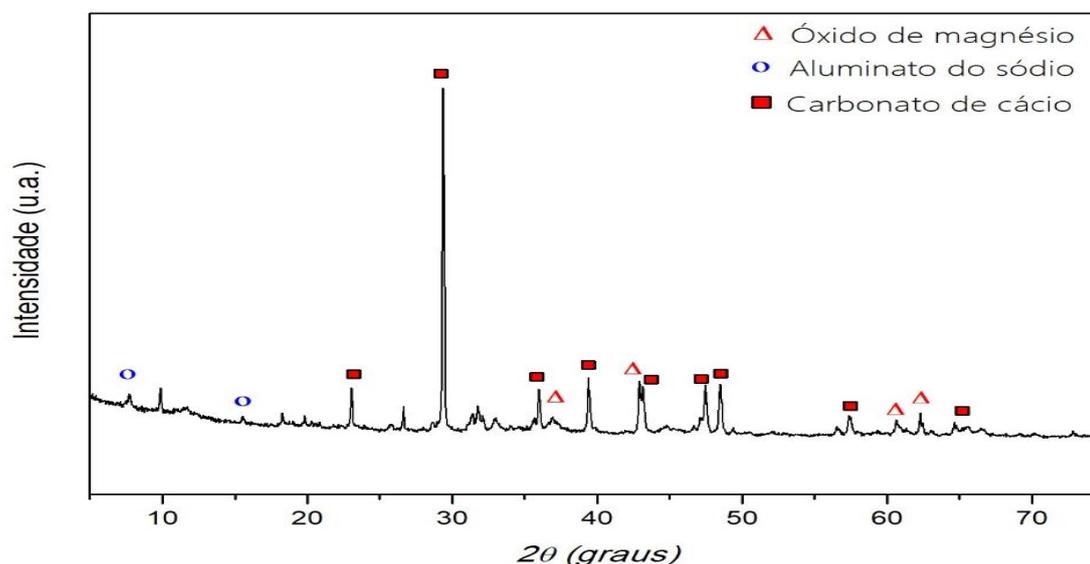
2. MATERIAIS

2.1. Cinza de fundo (CF)

A cinza de fundo empregada nesse estudo foi coleta na Fábrica de Tijolos denominada: Cerâmica Rio Negro no município de Iranduba cidade de Manaus, Amazonas. O material passou por lavagem e processo de decantação para retirada do excesso de areia e matérias orgânicas. Em seguida o material foi seco em estufa à 105 °C até manutenção da massa constante, depois realizou-se a moagem mecânica em moinho de bolas por um período de três horas com frequência de 40 RPM. Por fim o material foi peneirado de modo a descartar as partículas com diâmetro maior que 150 µm. Como é visto na figura 1 o DRX da cinza de fundo mostra a predominância de picos cristalinos de carbonato de cálcio e aluminato de sódio, que são resultados que condizem com os obtidos nas análises química. As propriedades químicas da cinza são apresentadas na Tabela 1, pode ser visto que a quantidade total de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ na cinza é de 42% e o teor de CaO foi de 35%, sendo assim, pelo elevado teor de CaO, a cinza é classificada como Classe C (Alto teor de Cálcio).

Tabela 1: Composição química da Cinza de Fundo

Composição Química	Porcentagem (%)
CaO	35.2
Al ₂ O ₃	32.7
MgO	13.4
SiO ₂	7.6
K ₂ O	4.1
P ₂ O ₅	3.3
Fe ₂ O ₃	1.8
SO ₃	0.6
Outros	0.5

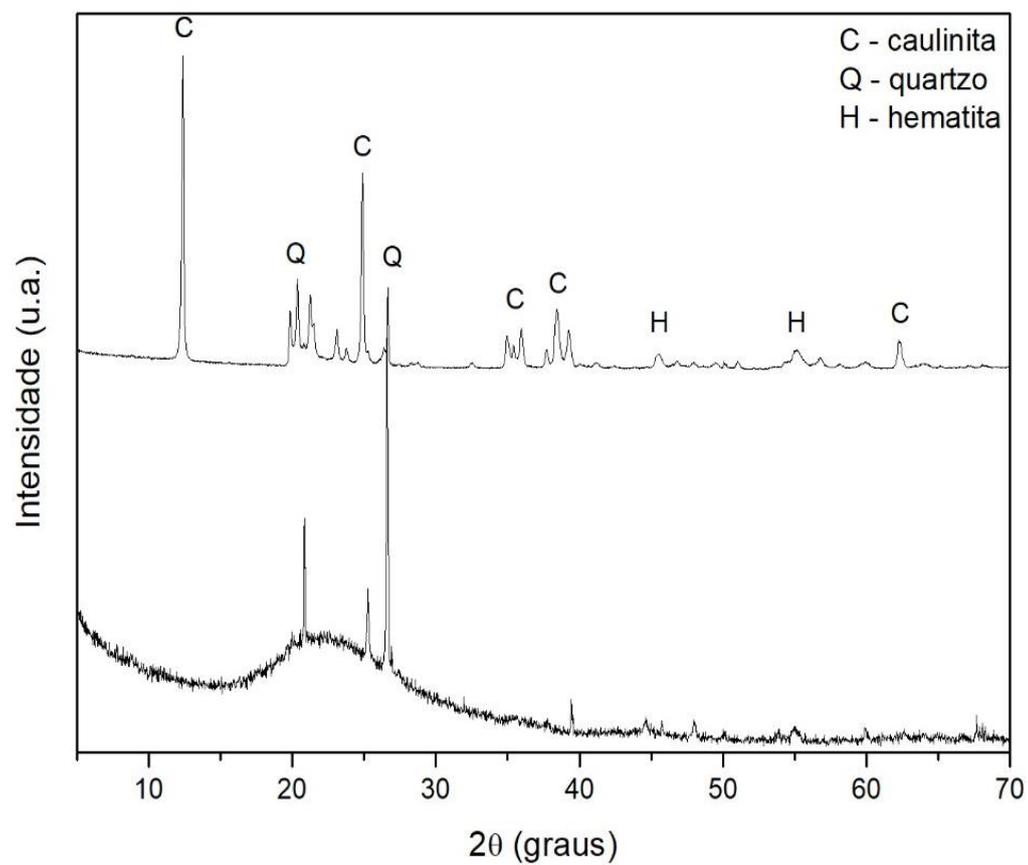
**Fig. 1.** Difratograma da Cinza de Fundo.

2.2. Metacaulinita (MK)

A metacaulinita usada neste estudo foi produzida manualmente, a argila caulinitica foi coletada em um município do estado do Amazonas denominado Novo Airão. Após a coleta a Argila passou por calcinação a 750 C durante 4 horas, a figura 2 faz o comparativo do difratograma da argila caulinitica e da metacaulinita, apontando a transformação ocorrida do material cristalino em amorfo. A metacaulinita produzida passou por peneiramento das partículas em peneiras com diâmetro de 300 μm . As propriedades químicas da metacaulinita são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2: Composição química da Metacaulinita

Composição Química	Porcentagem (%)
SiO ₂	52.95
Al ₂ O ₃	42.29
Fe ₂ O ₃	1.76
TiO ₂	1.12
P ₂ O ₅	0.47
K ₂ O	0.12
CaO	0.10
Outros	0.19

**Fig. 2.** Difratograma da Argila Caulinítica e da Metacaulinita - Comparativo

2.3. Ativador Alcalino

A combinação de uma solução de silicato de sódio e Hidróxido de sódio foi usada como líquido alcalino, conforme visto em muitos trabalhos com resultados satisfatórios. (CHI; HUANG, 2013; RASHAD, 2013b) O hidróxido de sódio (NaOH) em escamas com 98% de pureza foi comprado no comércio local da cidade de Manaus. O NaOH em escamas foi dissolvido em água deionizada para obter a solução. A sílica ativa composta por 96,71% por SiO₂ na forma amorfa foi doada pela concreteira SuperMix da cidade de Porto Velho- RO e possui diâmetro máximo de 300 µm. A água deionizada foi obtida nos laboratórios de química da Universidade Federal do Amazonas.

2.4. Agregado Miúdo

O agregado miúdo utilizado como constituinte da argamassa geopolimérica foi uma areia de rio comprada no comércio da região, de granulometria média, retida em peneira da ABNT n° 50 – 300 µm.

3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 Proporções de Mistura

No estudo sobre Argamassa Geopolimérica a base de metacaulinita e cinza de olaria foram preparadas 4 proporções diferentes para investigar a influência da substituição da areia de rio por cinza de fundo. Foi mantida fixa a composição do geopolímero, conforme estudos prévios, fazendo alteração apenas no agregado, na substituição da areia de rio por cinza em 0%, 25%, 50% e 100% em peso total dos materiais secos. A relação entre MK e a Areia de Rio foi fixada em 1:1. A proporção de silicato de sódio para hidróxido de sódio foi mantida como 3. A molaridade do hidróxido de sódio foi selecionada como 10M.

Todas as proporções de misturas usadas no experimento estão representadas na Tabela 3.

Tabela 3: Proporções das Misturas da Argamassa geopolimérica

Identificação	Materiais Secos			Ativador		
	Metacaulinita (g)	Areia de Rio (g) ou (%)	Cinza de Fundo (g) ou (%)	H ₂ O (ml)	NaOH (g)	SiO ₂ (g)
AGC0	100	100	-	78,97	32,23	24,50
AGC25	100	75	25	78,97	32,23	24,50
AGC50	100	50	50	78,97	32,23	24,50
AGC100	100	-	100	78,97	32,23	24,50

3.2 Misturando, moldando e curando

Todos os lotes de teste foram misturados usando um misturador mecânico acionado eletricamente em conformidade com os requisitos da ASTM C305. O líquido alcalino foi inicialmente misturado com a metacaulinita por 1 min para que atingisse a homogeneidade. Em seguida a areia de rio foi adicionada gradativamente e misturada por 2 min até homogeneizar, por fim a cinza de fundo foi adicionada e a mistura continuou por mais 4 min. Após a preparação das misturas, as argamassas geopoliméricas foram moldadas em moldes cúbicos de tamanho 50 x 50 x 50 mm e foram compactadas usando uma mesa de vibração. Em seguida as argamassas foram curadas em condições ambientais normais de temperatura à 30±5°C.

3.3 Métodos de Análise

Após o período de descanso, o teste de resistência a compressão foi realizado conforme norma ASMT C109 (ASTM, 2010b), para cada mistura foram feitos três corpos de prova de 50 mm na idade de 7 dias, todas as misturas foram testadas em compressão uniaxial a uma taxa constante de 1,7 KN/s e o valor relatado é a média das três amostras.

Após a cura foram realizados também testes para as propriedades de transporte, incluindo a absorção de água, Porosidade, índice de consistência e tempo de pega. A consistência da argamassa geopolimérica fresca foi mensurada de acordo com ASTM C1437 (ASTM, 2005). Para cada mistura, amostras de cubos de 50 mm foram preparadas, para medir a porosidade e a absorção de água de acordo com a norma ASTM C642 (ASTM, 2013b). As medidas de absorção de água foram realizadas após a retirada imediata dos espécimes do molde.

A porosidade e absorção de água foram calculadas usando as seguintes equações:

$$(1) \text{ Absorção (\%)} [(B - A)/A] \times 100$$

$$(2) \text{ Porosidade (\%)} [(B - A)/B - C] \times 100$$

Onde A é o peso da amostra seca após 24 h na estufa a $100 \pm 5^\circ \text{C}$, B é o peso da amostra saturada no ar e C é o peso da amostra na água. Este método para medir a porosidade foi usado com sucesso em vários estudos de pesquisa.

Para a determinação do início e fim da pega das argamassas geopolimérica em diferentes proporções, utilizou o método descrito na ASTM C191 (D6195, 2003) (ASTM, 2010b) onde estabelece o uso do aparelho de Vicat para essa determinação. As características microestruturais das amostras foram analisadas por difração de raios X (XRD).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Resistências a Compressão

Os valores de resistência à compressão de argamassa com diferentes proporções de cinzas de fundo após a cura em temperatura ambiente por 7 dias e os respectivos desvios padrão são mostrados na Figura 3. É notório os altos valores de resistência obtidos o que possibilita a aplicação destas em campos de uso ainda pouco utilizadas, visto que as argamassas geralmente apresentam baixa resistência.

As maiores resistências a compressão constatadas no ensaio foram as apresentadas pelas misturas contendo 50% e 100% de Cinza de fundo, as quais apresentaram resistência de 42 MPA e 45 MPA respectivamente. Quanto a mistura contendo 25% de Cinza de fundo obteve-se o valor de 27 MPA de resistência, dessa forma nota-se que a resistência diminuiu em relação a argamassa contendo 0% de Cinza. Acredita-se, portanto que o incremento de cinza em substituição a areia em proporções maiores que 50%, causam um aumento significativo na resistência da argamassa, quando comparadas com a mistura que não contém substituição.

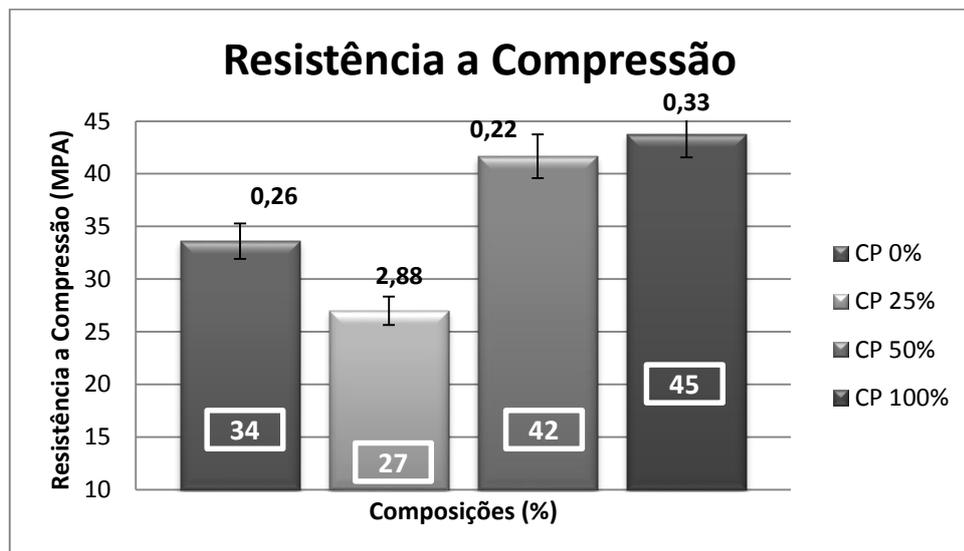


Fig. 3. Resistência a compressão da argamassa geopolimérica com adição de diferentes proporções de cinza de fundo.

Logo após ensaio de resistência a compressão dos CPs, os mesmo apresentaram aspecto frágil, parecidos com os das cerâmicas comuns. A partir dessa observação constatou-se a necessidade de uma análise microestrutural em estudos posteriores para melhor entender esse comportamento.

Para os ensaios de trabalhabilidade, tempo de pega e absorção foram eliminadas as amostras com 25% de substituição, por estas terem apresentado valor de resistência intermediária, dessa forma, foram consideradas apenas as amostras com 0% de substituição, tomada como base de comparação, e as amostras com 50% e 100% de substituição, que apresentaram maiores valores de resistências á compressão.

Faz- se necessário em trabalhos futuros avaliar as resistências em 14, 28 e 180 dias, para verificar se esse comportamento altera com o passar do tempo.

4.2 Índice de consistência

A Figura 5 mostra o resultado do ensaio de consistência das argamassas com as devidas proporções de substituição da cinza de fundo. Vale ressaltar, que a trabalhabilidade de uma argamassa no estado fresco é o que determina a sua facilidade de aplicação. É notório que houve boa homogenização dos materiais, visto que não foram encontrados acúmulos de material e nem segregação da mistura, conforme mostra a figura 6.

Observa-se que as argamassas com substituição de até 50% e 100% da areia pela cinza de fundo apresentaram um índice de consistência abaixo do índice da argamassa de 0% ou referência, que foi de 20,5 cm. O espalhamento da argamassa com 50% de substituição foi de aproximadamente 20 cm. Já a argamassa com 100% de cinza teve um espalhamento de 19,3 cm.

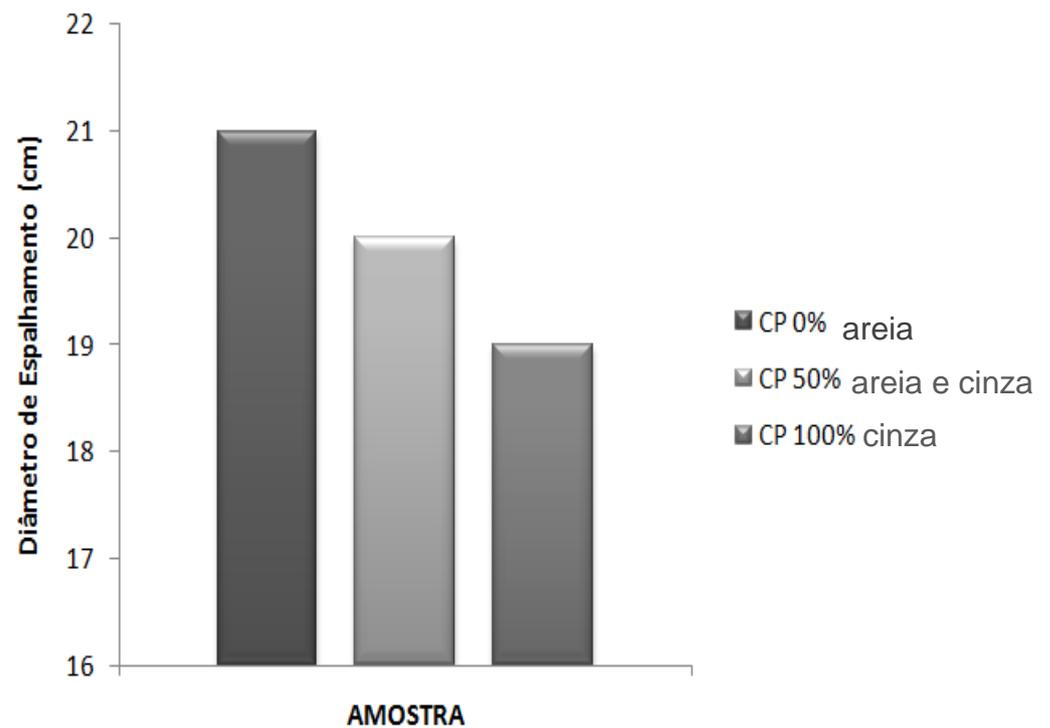


Fig. 4. Gráfico de índice da consistência das Argamassas com proporções de substituição



Fig. 5. Aparência da argamassa sobre a mesa de abatimento.

As argamassas geopoliméricas apresentam altos diâmetros de espalhamento e um dos fatores que influencia nessa característica é por ter em sua composição o silicato de sódio, o fato do silicato de sódio ser um defloculante reduz a viscosidade do material e, conseqüentemente aumenta o espalhamento.

4.3 Tempo de Pega

Para o ensaio de tempo de pega, duas análises foram feitas. A primeira análise mostrada na figura 7, apresenta o gráfico de início da pega, onde é possível notar que o incremento da cinza de fundo na composição da argamassa, acelerou o seu início de pega.

A amostra que não possui cinza em sua composição iniciou a pega aos 120 min, enquanto as com 50% e 100% de cinza de fundo em sua composição apresentam esse início de pega em 90 min e 60 min, respectivamente.

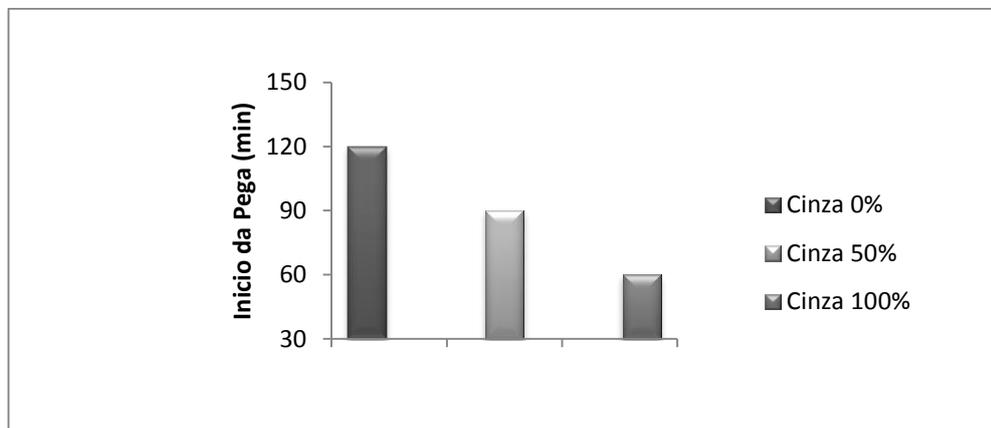


Fig. 6. Gráfico de início da Pega das Amostras

A segunda análise feita para o ensaio de tempo de pega é mostrada na figura 8 através do gráfico de duração da pega, onde é possível notar que a argamassa sem cinza de fundo em sua composição apresentou duração de apenas 25 min até o fim da pega.

À medida que o percentual de incremento da cinza aumenta, a duração do processo de pega também aumenta, retardando o evento do Fim da pega.

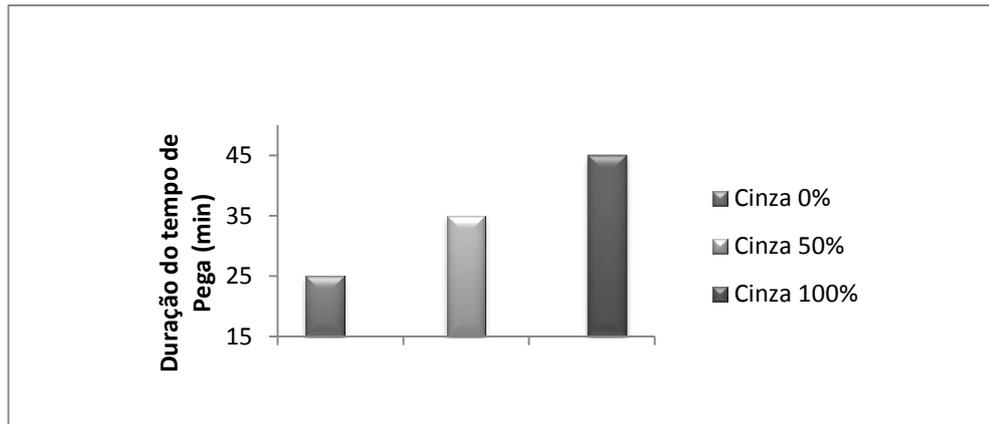


Fig. 7. Gráfico de duração da Pega até o endurecimento das Amostras

4.4 Absorção e Porosidade

Os resultados do ensaio de absorção de água das amostras com composição de 0%, 50% e 100% de Cinza de fundo estão mostrados na figura 9. É possível observar que as argamassas com substituição de 50% e 100% apresentaram maior absorção de água nos valores de 6,62% e 6,81% respectivamente. Já a argamassa com 0% de substituição apresentou 4,56% de absorção, bem abaixo das demais, representando que quanto maior a substituição da areia por cinza, maior a absorção de água nas amostras.

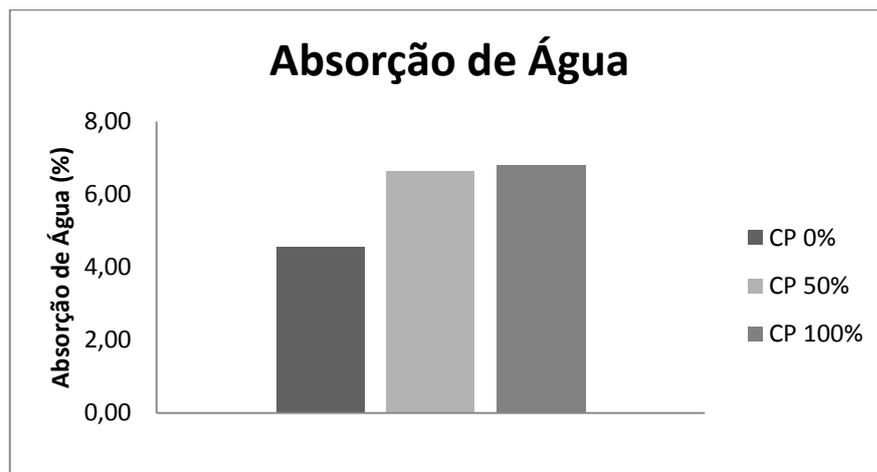


Fig. 8. Gráfico de Absorção de água das Amostras

Foi feita também a análise da porosidade das amostras, e é possível verificar a similaridade com o gráfico de absorção de água, mostrando que a medida que a

substituição com cinza de fundo aumentou, o percentual de porosidade também aumentou proporcionalmente. Para as substituições em 0%, 50% e 100% tivemos percentuais de 9,89%, 13,91% e 14,17% respectivamente, conforme figura 10.

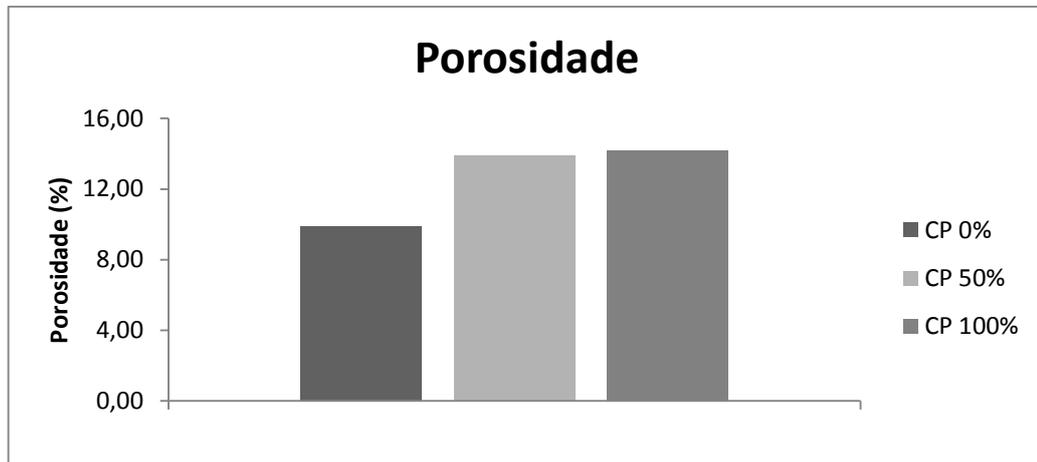


Fig. 09. Gráfico de Absorção de água das Amostras

5. CONCLUSÕES

Este estudo relata os resultados da determinação experimental das propriedades mecânicas, químicas e físicas de argamassas geopoliméricas à base de metacaulinita, incorporando 25%, 50% e 100% de cinza de fundo como substituto da areia de rio. Os resultados foram comparados com a argamassa geopolimérica de controle contendo 100% de areia de rio.

Com base nos dados obtidos as seguintes conclusões são tiradas:

- De acordo com os valores de resistência à compressão, as amostras com 100% de substituição de cinza de fundo apresentaram melhores resultado de resistência no valor médio de 44 MPA. Esse resultado foi maior que o resultado apresentado pela argamassa geopolimérica convencional sem incremento de cinza de fundo. Já a argamassa com 25% de substituição, apresentou resistência menor que a apresentada na argamassa referenciada, sendo dessa forma descartada para os demais ensaios físicos.
- A porosidade e a absorção de água aumentaram proporcionalmente ao aumento do percentual de substituição da areia de rio pela cinza de fundo.

Os maiores percentuais de absorção e porosidade obtidos foram de 6,81% e 14,17% respectivamente na amostra com 100% de substituição.

- O início de pega das amostras foi acelerado à medida que houve o incremento da cinza de fundo na composição das argamassas. A amostra sem % de cinza apresentou início de pega aos 120 min, já a amostra com 50% e 100% apresentaram seus inícios em 90min e 60min respectivamente.

As características aqui relatadas revelam a possibilidade de emprego dessas argamassas em diversos serviços na construção civil, que vão desde a utilização em revestimento, assentamento de blocos, para fins estruturais e etc.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem á CAPES e CNPQ pelo suporte financeiro, assim como aos laboratórios de análises da Universidade Federal do Amazonas-UFAM.

7. REFERENCIAS

AM, H.; RR, R.; SA, A. Effect of Various Factors on the Manufacturing of Geopolymer Mortar. v. 1, n. 3, p. 1–8, 2017.

ARENAS, C. et al. Development of a fly ash-based geopolymeric concrete with construction and demolition wastes as aggregates in acoustic barriers. **Construction and Building Materials**, v. 134, p. 433–442, 2017.

ASTM. Test method for slump of hydraulic cement concrete. **ASTM International, West Conshohocken, PA**, p. 12–15, 2005.

ASTM. Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in . or [50-mm] Cube Specimens) 1. **Chemical Analysis**, n. C109/C109M – 11b, p. 1–9, 2010.

ASTM. C642. Standard Test Method for Density , Absorption , and Voids in

Hardened Concrete. **Astm International**, p. 3, 2013.

BAJARE, D.; BUMANIS, G.; UPENIECE, L. Coal combustion bottom ash as microfiller with pozzolanic properties for traditional concrete. **Procedia Engineering**, v. 57, p. 149–158, 2013.

BENCARDINO, F.; CONDELLO, A.; ASHOUR, A. F. Single-lap shear bond tests on Steel Reinforced Geopolymeric Matrix-concrete joints. **Composites Part B: Engineering**, v. 110, p. 62–71, 2017.

CABRERA, M. et al. Characterisation and technical feasibility of using biomass bottom ash for civil infrastructures. **Construction and Building Materials**, v. 58, p. 234–244, 2014.

CHI, M.; HUANG, R. Binding mechanism and properties of alkali-activated fly ash/slag mortars. **Construction and Building Materials**, v. 40, p. 291–298, 1 mar. 2013.

D6195, A. Standard Test Methods for Loop Tack. v. 15, n. Reapproved 2011, p. 1–5, 2003.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer Cement, a review. **Intitut Géopolymère**, n. 0, p. 1–11, 2013.

FAN, F. et al. Mechanical and thermal properties of fly ash based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 160, p. 66–81, 2018.

GÖRHAN, G.; ASLANER, R.; ŞINIK, O. The effect of curing on the properties of metakaolin and fly ash-based geopolymer paste. **Composites Part B: Engineering**, v. 97, p. 329–335, 2016.

LI, X. et al. Mechanical properties and microstructure of class C fly ash-based geopolymer paste and mortar. **Materials**, v. 6, n. 4, p. 1485–1495, 2013.

LOGESH KUMAR, M.; REVATHI, V. Metakaolin bottom ash blend geopolymer mortar - A feasibility study. **Construction and Building Materials**, v. 114, p. 1–5, 2016.

PELISSER, F. et al. Micromechanical characterization of metakaolin-based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 547–553, 2013.

RASHAD, A. M. Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and

composition-A comprehensive overview. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 303–318, 2013a.

RASHAD, A. M. Alkali-activated metakaolin: A short guide for civil Engineer – An overview. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 751–765, 1 abr. 2013b.

RICKARD, W. D. A.; KEALLEY, C. S.; RIESSEN, A. VAN. Thermally Induced Microstructural Changes in Fly Ash Geopolymers : v. 939, p. 929–940, 2015.

SUKMAK, P.; HORPIBULSUK, S.; SHEN, S. L. Strength development in clay-fly ash geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 40, p. 566–574, 2013.

VANCHAI, T. P. et al. Compressive strength , Bending and Fracture Characteristics of High Calcium Fly Ash Geopolymer Mortar Containing Portland Cement Cured at Ambient Temperature. p. 1263–1271, 2016.

WONGSA, A. et al. Mechanical and thermal properties of lightweight geopolymer mortar incorporating crumb rubber. **Journal of Cleaner Production**, v. 195, p. 1069–1080, 2018.

ZHANG, H. Y. et al. Thermal behavior and mechanical properties of geopolymer mortar after exposure to elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 109, p. 17–24, 2016.

4. RESULTADOS COMPLEMENTARES

No que referência á produção de argamassas geopoliméricas utilizando metacaulinita como matéria prima, este trabalho se diferenciou de outras pesquisas similares por três motivos: Primeiro, utilizou-se uma metacaulinita obtida manualmente e não industrializada como os demais trabalhos. Segundo, a cura das argamassas geopoliméricas foi dada em temperatura ambiente. Terceiro, usou-se cinza de fundo como substituto do agregado miúdo.

De forma a melhor entender o processo de geopolimerização ocorrido nas argamassas geopoliméricas produzidas, fez-se necessária uma caracterização térmica e química detalhada de todos os materiais precursores sólidos que compõe a mistura, de forma a complementar a pesquisa feita.

Essa análise é descrita a seguir.

4.1 Caracterizações da metacaulinita

A determinação da temperatura de calcinação utilizada se deu através das Análises Termogravimétricas (TG) e a Análise Térmica Diferencial (DTA) conforme Figura 30, onde pode-se observa o comportamento térmico da argila caulínica de Novo Airão e também baseada na literatura conforme descrito por diversos autores (RAMASAMY et al., 2015). Desse modo, a metacaulinita foi obtida através da calcinação por 4 horas a 750°C

Nota-se que na curva de TG a argila perde massa equivalente a 12,75%, e na curva de DTA há dois picos endotérmicos. O primeiro pico endotérmico em 526,69°C representa a transformação da argila caulínica em metacaulinita, e o segundo pico endotérmico em 731,86 °C é referente a sinterização das argilas.

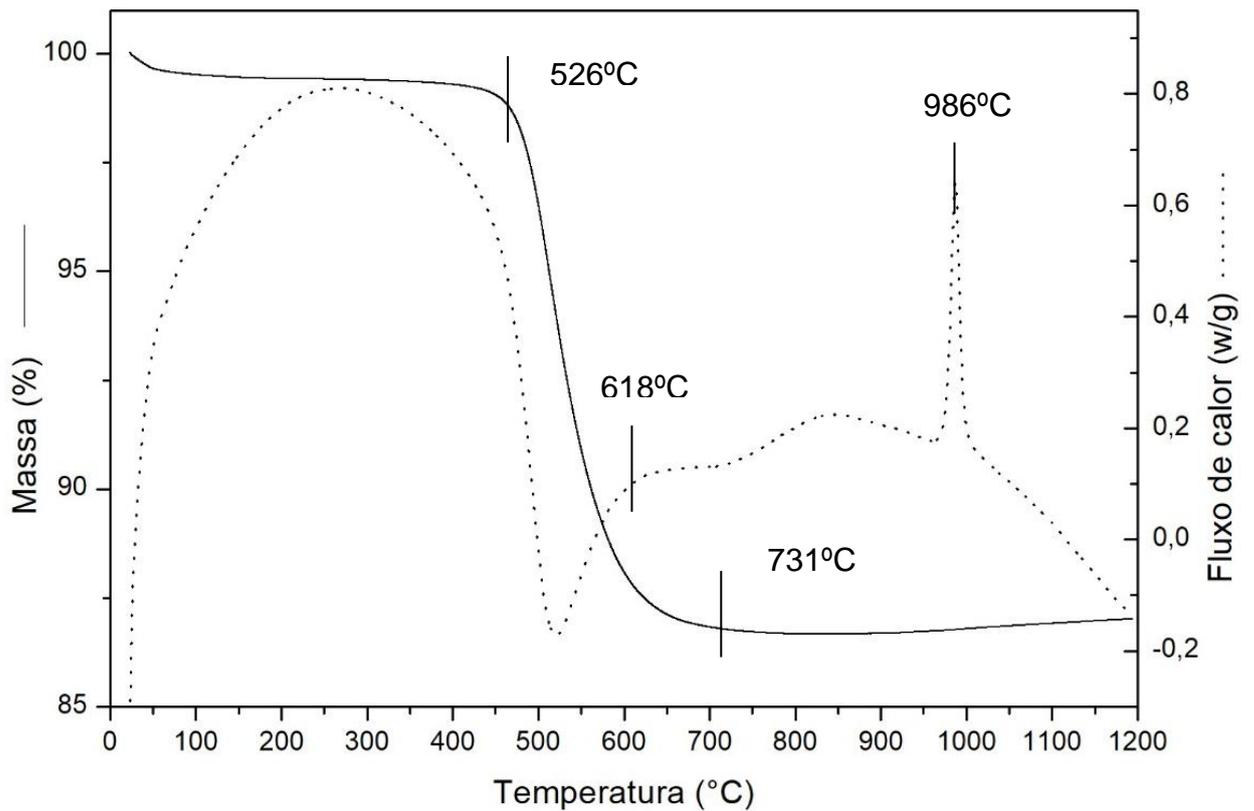


Figura 29 – Curvas TG e DSC da Argila Caulínica

Há também presente nas curvas de DSC dois picos exotérmicos em 618,71°C referente transformação de quartzo alfa em beta, e o outro pico em 986,58 °C que indica a presença de quartzo nas amostras e a formação de mulita e cristobalita. Todas essas caracterizas apresentadas são similares as encontradas por outros autores (ZENIKHERI et al., 2016).

A fim de constatar a mudança de cristalinidade da argila proveniente da transformação da argila caulinítica em metacaulinita, realizou-se o DRX antes e depois da calcinação, conforme figura 31

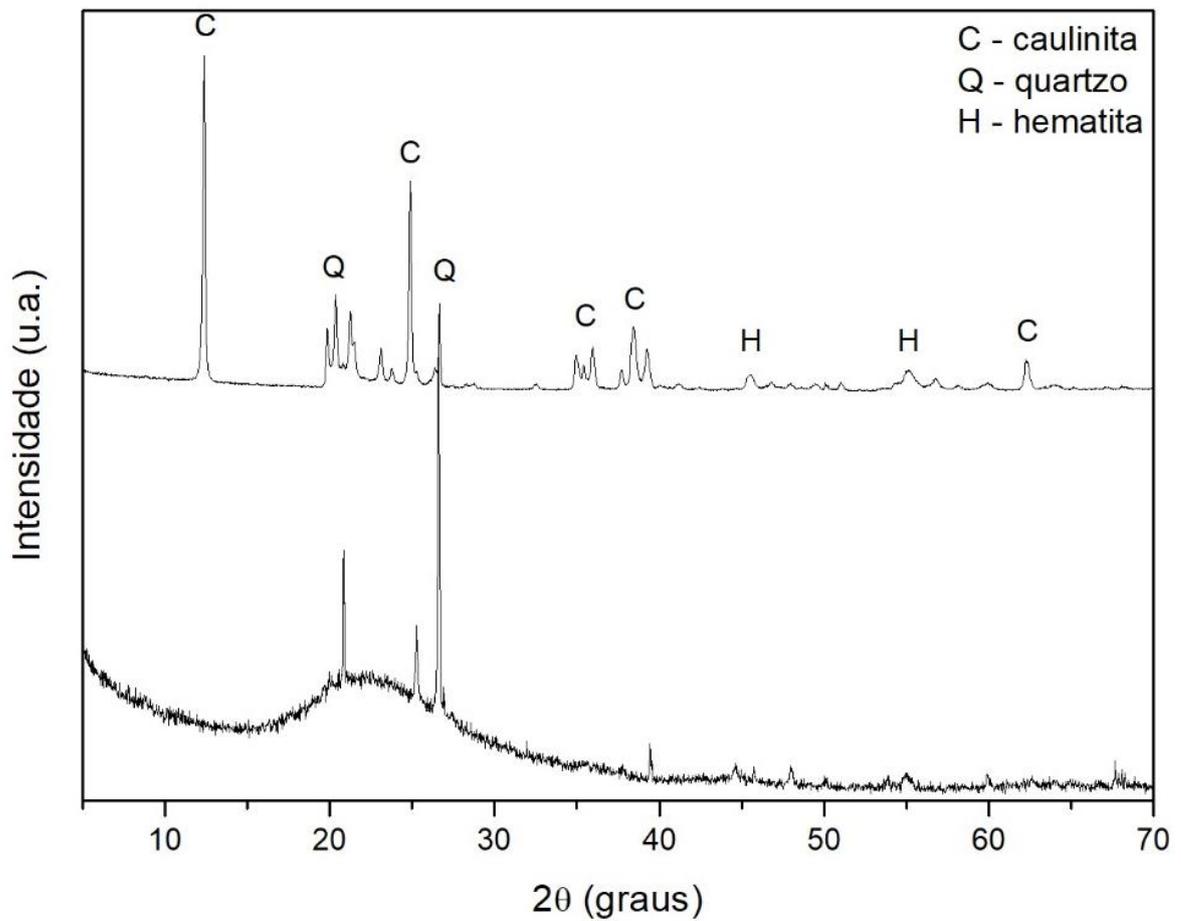


Figura 30 – Difratoograma da argila caulínica antes e depois da calcinação

O difratograma constata que a argila caulínica apresenta predominantemente quartzo e caulinita nas fases cristalinas e que depois de haverem sido calcinadas apresentaram comportamento semicristalino à amorfo, exceto pelos picos residuais de quartzo.

Essa análise indica que a calcinação adotada (750°C por quatro horas) foi eficiente, pois ocorreu a mudanças na estrutura cristalina.

4.2 Caracterizações da cinza de fundo

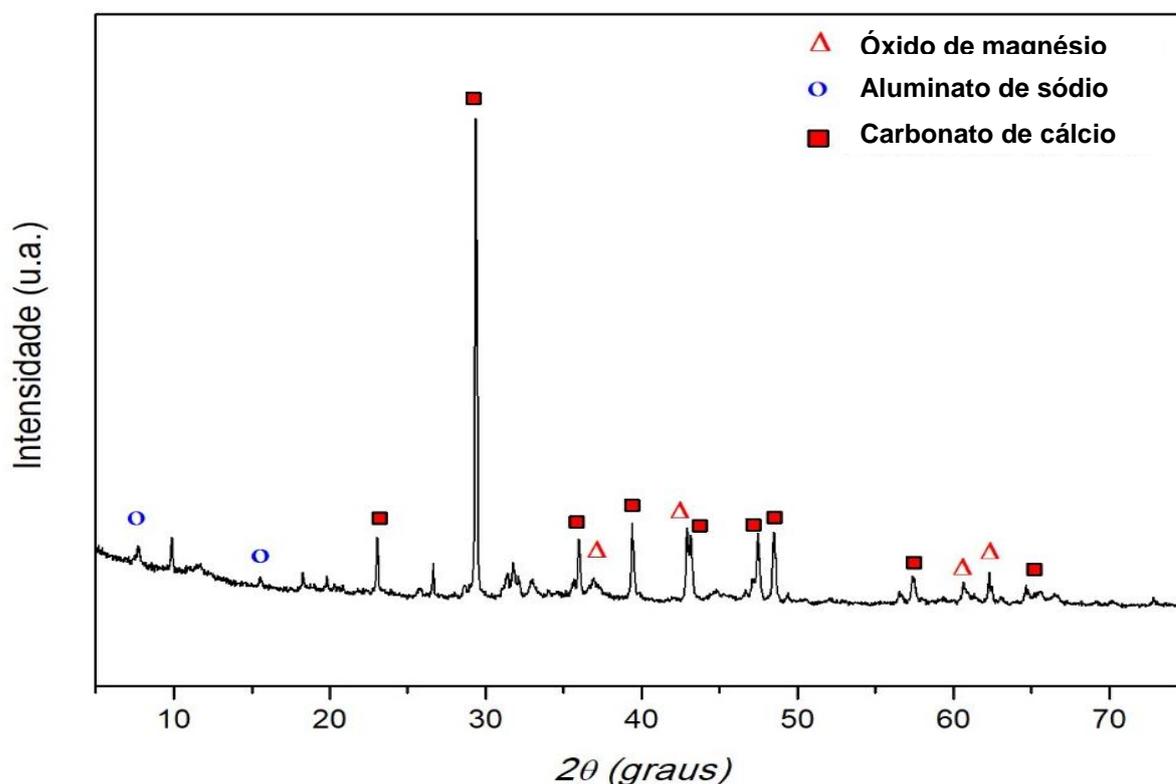


Figura 31 – Difratograma da cinza de fundo

O difratograma da figura 32, mostra a composição química presente na cinza de fundo, a mesma apresenta predominantemente picos cristalinos de carbonato de cálcio e aluminato de sódio. Este resultado está de acordo com os resultados obtidos na análise química, pois a mesma apontou valores elevados de CaO e Al_2O_3 .

4.3 Caracterizações da argamassa

Com intuito de apresentar o comportamento cristalográfico do geopolímero de metacaulinita (figura 33) e da argamassa geopolimérica a base de metacaulinita cinza de fundo (figura 34), realizou-se o DRX dos materiais nas idades de 7 dias.

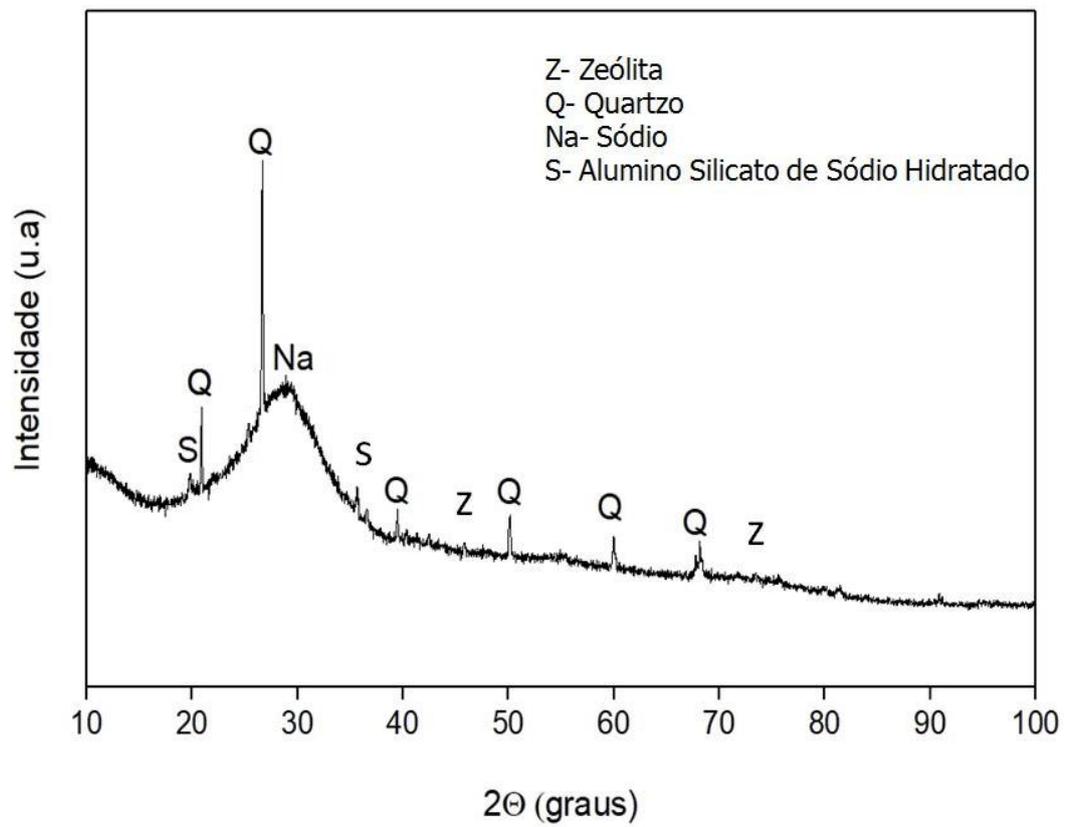


Figura 32 – Difratoograma do Geopolímero

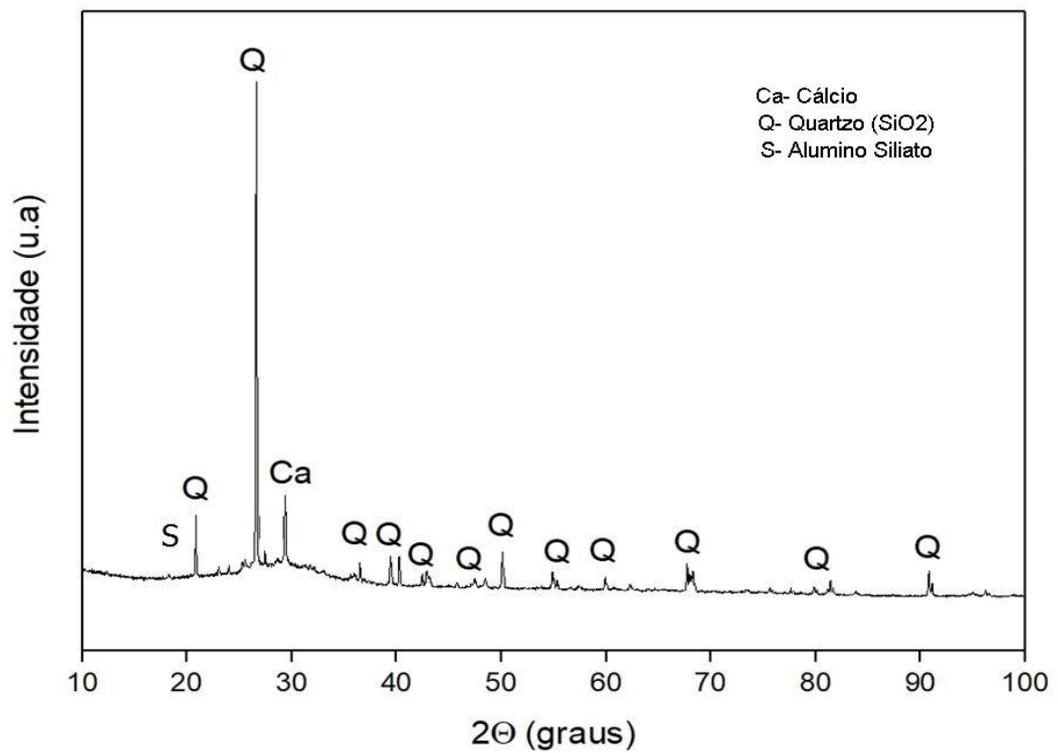


Figura 33 – Difratoograma da Argamassa Geopolimérica

As análises feitas nas amostras serviram para identificação de fases cristalinas formadas no processo de geopolimerização ocorrente nas duas amostras.

O difratograma do geopolímero constata que a amostra apresenta a formação de estruturas Zeólíticas de curto alcance, formada por conta das condições alcalinas presente na composição. A análise também mostra a presença de alumino silicato, referente ao precursor líquido usado.

Na figura 34, pode ser visto o difratograma da argamassa geopolimérica, em sua maior parte com comportamento amorfo, apresentando alguns picos cristalinos predominantes de Quartzo, devido ao o agregado miúdo adicionado.

4.3.1 – Massa Específica das Argamassas Geopoliméricas

A figura 35 exibe a massa específica (γ) das composições, onde pode ser visto que o incremento de cinza de fundo (CF) nas amostras acarretou em menores valores de γ , como é visto nas amostras com 50% de cinza que apresentou 2,10 de γ e na amostra com 100% de cinza com 2,08 de γ .

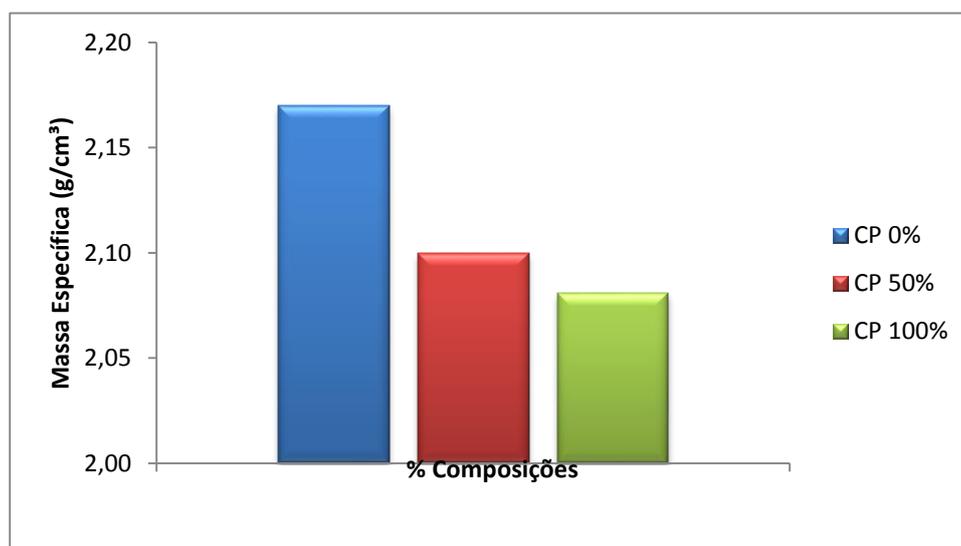


Figura 34 – Gráfico de massa específica

5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Ao sintetizar a argamassa geopolimérica a base de metacaulinita e Cinza de fundo utilizando como agente ativador silicato de sódio obtido a partir de hidróxido de sódio e sílica ativa, pode-se concluir que:

- A cinza de fundo e a metacaulinita estudada confirmaram o potencial de utilização para síntese de argamassas geopoliméricas. Por terem estrutura amorfa predominante, evidenciada pela análise de difração de raios X (DRX) e por terem composição química com teores de sílica e alumina elevados.
- O incremento de cinza de fundo em substituição da areia de rio em proporções superiores a 50% resultaram no aumento da resistência a compressão das argamassas, a composição com 100% de cinza apresentou melhor desempenho mecânico, com valores que chegaram a 43 MPA.
- Por outro lado, incrementos em proporções menores que 50%, reduziram o desempenho a resistência, para valores menores do que a argamassa referência (0% de substituição). Esse comportamento pode está associado ao teor de óxidos dos materiais empregados, no qual a cinza exerceu relevância na constituição da argamassa geopolimérica.
- Os ensaios de transportes das argamassas apresentaram resultados semelhantes às argamassas geopoliméricas comuns, o que reforça a possibilidade de ser utilizada em processos construtivos.
- O incremento da cinza nas amostras reduziu sua trabalhabilidade de 205 mm (0% de substituição) para 193 mm (100% de substituição) e acelerou o tempo de início de pega de 120 min para 60 min.
- No tocante aos ensaios de absorção e porosidade, o incremento da cinza aumentou a absorção de água nas amostras de forma significativa, e a porosidade apresentou comportamento similar.
- A partir do ensaio de caracterização microestrutural (DRX), foram observados comportamentos equivalentes com outros estudos, mostrando a formação de fases cristalinas devido ao processo de geopolimerização.

Assim, com esse trabalho, é possível observar a viabilidade técnica de utilizar metacaulinita e cinza de fundo na produção de argamassas geopoliméricas, apresentando como vantagens principais:

- Aumento da valorização das argilas caulínica regionais, gerando possibilidade de surgimento de novas classes de exploração e assim mais empregos na região.
- Destinação sustentável para as Cinzas de Olaria, tradicionalmente sem destinação certa na região e que possuem grande demanda.
- Melhoria das propriedades mecânicas ao utilizar composições com mais de 50% de cinza de fundo.
- Dispensa gastos energéticos com curas térmicas, já que as argamassas foram curadas em temperatura ambiente.
- Baixo custo e acessibilidade regional na utilização das matérias-primas apresentadas.

Apesar dos bons resultados encontrados neste trabalho, mais estudos devem ser realizados a fim de melhorar direcionar para aplicação as argamassas desenvolvidas. Dessa forma, constataram-se alguns aspectos relevantes que podem vir a somar com tal objetivo. Tais aspectos são:

- Estudos de ensaios mais aprofundados para melhoria técnica, como ensaios de flexão e arrancamento e durabilidade química.
- Estudo do comportamento ao longo do tempo, fazendo observação das argamassas em idades de 14 e 28 dias.
- Estudar outras proporções de substituição, a fim de melhor entender e aplicar as argamassas geopoliméricas.
- Estudar o efeito da temperatura de cura para as argamassas desenvolvidas.
- Análises microestruturais complementares para as argamassas, como MEV e FT-IR.
- Produzir argamassas geopoliméricas com argilas cauliniticas de outras regiões, utilizando a mesma formulação aqui apresentada.

6. REFERÊNCIAS

AM, H.; RR, R.; SA, A. Effect of Various Factors on the Manufacturing of Geopolymer Mortar. v. 1, n. 3, p. 1–8, 2017.

ARENAS, C. et al. Development of a fly ash-based geopolymeric concrete with construction and demolition wastes as aggregates in acoustic barriers. **Construction and Building Materials**, v. 134, p. 433–442, 2017.

ASTM. Test method for slump of hydraulic cement concrete. **ASTM International, West Conshohocken, PA**, p. 12–15, 2005.

ASTM. **Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use** **Annual Book of ASTM Standards**, 2010a.

ASTM. Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in . or [50-mm] Cube Specimens) 1. **Chemical Analysis**, n. C109/C109M – 11b, p. 1–9, 2010b.

ASTM. Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods. **American Society for Testing and Materials**, v. 4, p. 1–12, 2013a.

ASTM. C642. Standard Test Method for Density , Absorption , and Voids in Hardened Concrete. **Astm International**, p. 3, 2013b.

BAJARE, D.; BUMANIS, G.; UPENIECE, L. Coal combustion bottom ash as microfiller with pozzolanic properties for traditional concrete. **Procedia Engineering**, v. 57, p. 149–158, 2013.

BENCARDINO, F.; CONDELLO, A.; ASHOUR, A. F. Single-lap shear bond tests on Steel Reinforced Geopolymeric Matrix-concrete joints. **Composites Part B: Engineering**, v. 110, p. 62–71, 2017.

CABRERA, M. et al. Characterisation and technical feasibility of using biomass bottom ash for civil infrastructures. **Construction and Building Materials**, v. 58, p. 234–244, 2014.

CAREVIĆ, I.; BANJAD PEČUR, I.; ŠTIRMER, N. Utilization of Wood Biomass Ash (WBA) in the Cement Composites. **ICBBM 2017 - Proceedings of the 2nd International Conference on Bio-based Building Materials**, n. April, p. 196–201,

2017.

CHI, M.; HUANG, R. Binding mechanism and properties of alkali-activated fly ash/slag mortars. **Construction and Building Materials**, v. 40, p. 291–298, 1 mar. 2013.

CHOWDHURY, S.; MISHRA, M.; SUGANYA, O. The incorporation of wood waste ash as a partial cement replacement material for making structural grade concrete: An overview. **Ain Shams Engineering Journal**, v. 6, n. 2, p. 429–437, 2015.

D6195, A. Standard Test Methods for Loop Tack. v. 15, n. Reapproved 2011, p. 1–5, 2003.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer Cement, a review. **Intitut Géopolymère**, n. 0, p. 1–11, 2013.

DEMIS, S.; TAPALI, J. G.; PAPADAKIS, V. G. An investigation of the effectiveness of the utilization of biomass ashes as pozzolanic materials. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 291–300, 2014.

DOUIRI, H. et al. Structural and dielectric comparative studies of geopolymers prepared with metakaolin and Tunisian natural clay. **Applied Clay Science**, v. 139, p. 40–44, 2017.

FAN, F. et al. Mechanical and thermal properties of fly ash based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 160, p. 66–81, 2018.

GARCIA-LODEIRO, I. et al. Alkaline activation of synthetic aluminosilicate glass. **Ceramics International**, v. 40, n. 4, p. 5547–5558, 2014.

GLID, M. et al. Alkaline activation of metakaolin-silica mixtures: Role of dissolved silica concentration on the formation of geopolymers. **Ceramics International**, 2017.

GÖRHAN, G.; ASLANER, R.; ŞINIK, O. The effect of curing on the properties of metakaolin and fly ash-based geopolymer paste. **Composites Part B: Engineering**, v. 97, p. 329–335, 2016.

HINOJOSA, M. J. R. et al. Potential use of biomass bottom ash as alternative construction material: Conflictive chemical parameters according to technical regulations. **Fuel**, v. 128, p. 248–259, 2014.

İLKENTAPAR, S. et al. Influence of duration of heat curing and extra rest period after

- heat curing on the strength and transport characteristic of alkali activated class F fly ash geopolymer mortar. **Construction and Building Materials**, v. 151, p. 363–369, 2017.
- KARAKOÇ, M. B. et al. Sulfate resistance of ferrochrome slag based geopolymer concrete. **Ceramics International**, v. 42, n. 1, p. 1254–1260, 2016.
- KAYA, K.; SOYER-UZUN, S. Author ' s Accepted Manuscript. **Ceramics International**, 2016.
- KHANDELWAL, M. et al. Effect of strain rate on strength properties of low-calcium fly-ash-based geopolymer mortar under dry condition. **Arabian Journal of Geosciences**, v. 6, n. 7, p. 2383–2389, 2013.
- LESSARD, J. M. et al. Feasibility of using biomass fly and bottom ashes in dry-cast concrete production. **Construction and Building Materials**, v. 132, p. 565–577, 2017.
- LI, X. et al. Mechanical properties and microstructure of class C fly ash-based geopolymer paste and mortar. **Materials**, v. 6, n. 4, p. 1485–1495, 2013.
- LIU, Z. et al. Experimental Study of the Geopolymeric Recycled Aggregate Concrete. v. 1, n. 9, p. 1–9, 2013.
- LOGESH KUMAR, M.; REVATHI, V. Metakaolin bottom ash blend geopolymer mortar - A feasibility study. **Construction and Building Materials**, v. 114, p. 1–5, 2016.
- LONGHI, M. A. et al. Valorisation of a kaolin mining waste for the production of geopolymers. **Journal of Cleaner Production**, v. 115, p. 265–272, 2016.
- MATALKAH, F. et al. Use of non-wood biomass combustion ash in development of alkali-activated concrete. **Construction and Building Materials**, v. 121, p. 491–500, 2016.
- PAN, Z.; NAN, K.; KAI, F. Damping and microstructure of fly ash-based geopolymers. p. 3128–3137, 2013.
- PELISSER, F. et al. Micromechanical characterization of metakaolin-based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 547–553, 2013.
- PROVIS, J. L. Geopolymers and other alkali activated materials: why, how, and

what? **Materials and Structures**, v. 47, p. 11–25, 2014.

RAMASAMY, S. et al. Recent dissertations on kaolin based geopolymer materials. **Reviews on Advanced Materials Science**, v. 42, n. 1, p. 83–91, 2015.

RASHAD, A. M. Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and composition-A comprehensive overview. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 303–318, 2013a.

RASHAD, A. M. Alkali-activated metakaolin: A short guide for civil Engineer – An overview. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 751–765, 1 abr. 2013b.

REDDY, M. S.; DINAKAR, P.; RAO, B. H. A review of the influence of source material's oxide composition on the compressive strength of geopolymer concrete. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 234, p. 12–23, 2016.

RICKARD, W. D. A.; KEALLEY, C. S.; RIESSEN, A. VAN. Thermally Induced Microstructural Changes in Fly Ash Geopolymers : v. 939, p. 929–940, 2015.

SARKAR, M.; DANA, K.; DAS, S. Microstructural and phase evolution in metakaolin geopolymers with different activators and added aluminosilicate fillers. **Journal of Molecular Structure**, v. 1098, p. 110–118, 2015a.

SARKAR, M.; DANA, K.; DAS, S. AC SC. **Journal of Molecular Structure**, 2015b.

SINGH, M.; SIDDIQUE, R. Properties of concrete containing high volumes of coal bottom ash as fine aggregate. **Journal of Cleaner Production**, v. 91, p. 269–278, 2015.

SUKMAK, P.; HORPIBULSUK, S.; SHEN, S. L. Strength development in clay-fly ash geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 40, p. 566–574, 2013.

TONIOLO, N.; BOCCACCINI, A. R. Fly ash-based geopolymers containing added silicate waste. A review. **Ceramics International**, v. 43, n. 17, p. 14545–14551, 2017.

TOPÇU, I. B.; TOPRAK, M. U.; UYGUNOĞLU, T. Durability and microstructure characteristics of alkali activated coal bottom ash geopolymer cement. **Journal of Cleaner Production**, v. 81, p. 211–217, 2014.

VANCHAI, T. P. et al. Compressive strength , Bending and Fracture Characteristics of High Calcium Fly Ash Geopolymer Mortar Containing Portland Cement Cured at

Ambient Temperature. p. 1263–1271, 2016.

WIANGLOR, K. et al. Effect of alkali-activated metakaolin cement on compressive strength of mortars. **Applied Clay Science**, v. 141, p. 272–279, 2017.

WONGSA, A. et al. Mechanical and thermal properties of lightweight geopolymer mortar incorporating crumb rubber. **Journal of Cleaner Production**, v. 195, p. 1069–1080, 2018.

YAN, D. et al. Correlating the elastic properties of metakaolin-based geopolymer with its composition. **Materials and Design**, v. 95, p. 306–318, 2016.

YAN, H. et al. Cement & Concrete Composites Characterizing the bond strength of geopolymers at ambient and elevated temperatures. v. 58, p. 40–49, 2015.

ZENIKHERI, F. et al. Elaboration of porous gehlenite and anorthite based ceramics using low price raw materials. **Ceramica**, v. 62, n. 363, p. 242–248, 2016.

ZHANG, H. Y. et al. Thermal behavior and mechanical properties of geopolymer mortar after exposure to elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 109, p. 17–24, 2016.