



UNIVERSIDADE FEDERAL DO SUL E SUDESTE DO PARÁ
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS E ENGENHARIAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

NAIRA CAVALCANTE DE ALMEIDA

**DESENVOLVIMENTO DE GEOPOLÍMERO A PARTIR DE FILITO E
METACAULIM COM ADIÇÃO DE REJEITO DE FORNO PANELA**

Marabá-PA

2017

NAIRA CAVALCANTE DE ALMEIDA

**DESENVOLVIMENTO DE GEOPOLÍMERO A PARTIR DE FILITO E
METACAULIM COM ADIÇÃO DE REJEITO DE FORNO PANELA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará em cumprimento as exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador:

Profº. Jailes Moura

Marabá-PA

2017

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
Biblioteca II da UNIFESSPA. CAMAR, Marabá, PA

Almeida, Naira Cavalcante de

Desenvolvimento de geopolímero a partir de filito e metacaulim com adição de rejeito de forno panela / Naira Cavalcante de Almeida; orientador, Jailes Moura. — 2017.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Campus Universitário de Marabá, Instituto de Geociências e Engenharias, Faculdade de Engenharia de Materiais, Curso de Engenharia de Materiais, Marabá, 2017.

1. Geopolímeros. 2. Meio ambiente. 3. Ativação alcalina. 4. Rejeito de forno panela - Reaproveitamento. I. Moura, Jailes, orient. II. Título.

CDD: 23. ed.: 620.192

NAIRA CAVALCANTE DE ALMEIDA

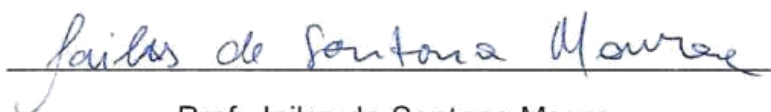
**DESENVOLVIMENTO DE GEOPOLÍMERO A PARTIR DE FILITO E
METACAUULIM COM ADIÇÃO DE REJEITO DE FORNO PANELA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará – UNIFESSPA, em cumprimento às exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais. Orientador: Prof. Jailes de Santana Moura.

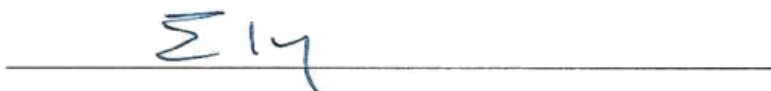
Data de aprovação: 23/03/17

Conceito: EXCELENTE

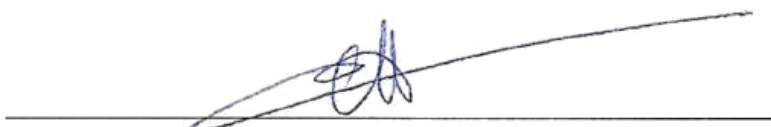
BANCA EXAMINADORA



Prof. Jailes de Santana Moura
Orientador - UNIFESSPA



Prof. Dr. Elias Fagury Neto
Examinador - UNIFESSPA



Prof. Carlos Vinícius de Paes Santos
Examinador - IFPA

Dedico este trabalho a minha mãe, Maria Cavalcante de Almeida e família, que me deu apoio necessário para a realização dessa importante etapa da minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço principalmente a Deus por tudo que tem feito por mim, por iluminar sempre meus caminhos e colocar pessoas maravilhosas na minha vida.

A minha mãe, Maria Cavalcante de Almeida, por ser a mulher mais maravilhosa do mundo, que sempre me incentivou em todos os projetos na minha vida, e me deu muito amor e carinho. Aos irmãos que Deus me concedeu, Gabriel Cavalcante de Almeida e Mikael Cavalcante de Almeida, por sempre aguentar as minhas birras, chatices e falta de paciência e por amar a irmã mandona e mais velha que sou. As minhas tias Conceição e Maria Ducarmo por todo o apoio que me deram ao longo da minha vida.

De todo o meu coração, dedico as minhas primas Francisca Cavalcante (Preta), Siumara e Simone, ao meu padrinho Ronivon Barbosa por todo apoio e à minha avó paterna a Dona Regina Rodrigues. Ao meu sogro, Valdenir Oliveira, que sempre foi como um pai pra mim, e meu namorado, amigo, companheiro, príncipe da minha vida Wenedy Sousa Silva que sempre esteve ao meu lado nos momentos mais difíceis e aguentou as minhas birras, estresses e variação de humor por todos esses anos, obrigado “meu fie” por está comigo em todos os momentos e por me fazer muito feliz. E a todos os meus familiares que sempre me apoiaram em tudo. Agradeço também àqueles os quais escolhi para fazer parte da minha vida e da minha família, que de algum modo estiveram presentes em momentos muito importantes e especiais para mim.

Agradeço uma amiga mais que especial, Gabriela L. de Miranda por ter feito a minha cabeça para escolher Engenharia de Materiais como futura profissão, por sempre me dar conselhos e me ajudar quando mais precisei.

Agradeço ainda as pessoas que junto comigo estiveram diretamente envolvidas no desenvolvimento do TCC, meus amigos Sorato Gonçalves e Pâmella Moreira.

Obrigado aos meus amigos, Wilker Oliveira, Elias Bruno, Danilo Maciano, Ana Paula, Amanda Cristina, Lucas Marinho, Maria, Fiana, Hilbenaria, Paulo Cesar, Luiz Felipe, Mário Andrian, Marco, Pedro Henrique, Wilana, Julliene, Priscila e Charles, que em momentos de desespero me deram forças para continuar na graduação.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Jailes Moura pela paciência em me orientar e por ter sido um excelente professor durante minha graduação. .

A todos os professores do colegiado de Engenharia de Materiais, em especial Prof. Dr. Ellias Fagury Neto, Márcio Mafra, Iana Damasceno e Carlos Vinicius Paes por fazerem parte da minha formação profissional e acadêmica.

A siderúrgica SINOBRAS.

Ao Instituto Federal do Pará-IFPA.

A faculdade de Engenharia de Minas e Meio Ambiente.

A faculdade de Engenharia de Materiais

À Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará.

Obrigado a todos que me apoiaram direta ou indiretamente.

*“O importante não é vencer todos os dias,
mas lutar sempre”.*

Waldemar Valle Martins.

RESUMO

O uso dos materiais cimentícios suplementares álcali ativados têm se mostrado uma alternativa economicamente viável que em muito contribui para a minimização do impacto ambiental. Dentro desse ambiente vem surgindo uma nova classe de materiais, os geopolímeros. Estes são alternativas ao cimento Portland, um dos vilões do meio ambiente por emitir grande quantidade de CO₂ na atmosfera. O geopolímero trata-se de um polímero inorgânico, formado pela ativação de aluminossilicatos (Al₂O₃.SiO₂) que reage em meio alcalino. Neste trabalho, procurou-se estudar uma pasta geopolimérica à base de filito, metacaulim e rejeito de forno panela ativado com hidróxido de sódio a 14 M. Foram propostas três formulações distintas em percentagem de rejeito, com intuito de avaliar seu comportamento. Os corpos de prova foram moldados e curados a 50 °C e posteriormente submetidos a ensaios de compressão nas idades de 7, 15 e 28 dias. As matérias-primas utilizadas: rejeito de forno panela (RFP), filito e metacaulim, foram caracterizados por espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX) e difração de raios-X (DRX). As amostras confeccionadas foram caracterizadas por difração de raios-X (DRX), Microscópio eletrônico de varredura (MEV), Sistema de Energia Dispersiva (EDS) e ensaio de resistência à compressão. Foram analisados os resultados das resistências à compressão com 7, 15 e 28 dias de cura. A maior resistência à compressão foi atingida com geopolímero confeccionado a 10% de RFP no maior tempo de cura, cerca de 3,6 MPa. Assim foi demonstrado que o rejeito de forno panela, e o filito associados ao metacaulim ativado com NaOH, são uma alternativa possível para a produção de materiais geopoliméricos.

Palavras chaves: Geopolímero, meio ambiente, ativação alcalina, rejeito de forno panela.

ABSTRACT

The use of supplemental alkali activated materials has proved to be an economically viable alternative that contributes greatly to the minimization of environmental impact. Within this environment comes a new class of materials, geopolymers. These are alternatives to Portland cement, one of the great villains of the environment. It is an inorganic polymer, formed by the activation of aluminosilicates ($\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$) that reacts in alkaline medium. In this work, the study of a geopolymeric paste based on phyllite and metakaolin activated with sodium hydroxide at 14 M, and the addition of pan kiln was added. Three different formulations were proposed as percentage of tailings, in order to evaluate their behavior. The specimens were molded and cured at 50 ° C and then subjected to compression tests at the ages of 7, 15 and 28 days. The raw materials used, pan-fired slag (RFP), filito and metacaolim, were characterized by X-ray fluorescence (XRF) and X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM). The samples were submitted to X-ray diffraction, Scanning Electron Microscope (SEM), compressive strength test. The results of the compressive strengths with 7, 15 and 28 days of cure were analyzed. The highest compressive strength was achieved in the 10% formulated geopolymer with 28 days of curing, about 3.6 MPa. Thus, it was demonstrated that the Pan Oven and phytase associated with metacaolim and NaOH activated, are a possible alternative for the production of geopolymeric materials.

Key words: Geopolymer, environment, alkaline activation, pan stove waste

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática dos polissialatos	21
Figura 2 - Representação esquemática dos polissialatos Si:Al>3	22
Figura 3 - Esquema do mecanismo de geopolimerização	25
Figura 4 - Representação esquemática do arranjo espacial da estrutura do geopolímero	25
Figura 5 - Espécies geopolimérica desenvolvidos com sucesso em aplicações	28
Figura 6 - Fluxograma do procedimento experimental	32
Figura 7 - Vidraria utilizada para confecção dos corpos-de prova.....	35
Figura 8 – Matéria prima.....	38
Figura 9 - Homogeneização da matéria prima	39
Figura 10 - Molde dos corpos-de-prova.....	39
Figura 11 - Aferição dos corpos de prova	40
Figura 12 - Difratorômetro	Erro! Indicador não definido.
Figura 13 - Máquina de ensaio de compressão	41
Figura 14 - Difratoograma de Raios-X do caulim.....	42
Figura 15 - Difratoograma de Raios-X do metacaulim.....	43
Figura 16 - Difratoograma de Raios-X do filito calcinado.....	43
Figura 17 - Difratoograma de Raios - X do Rejeito de forno panela	44
Figura 18 - Resistência à compressão das amostras geopoliméricas curadas por 7, 15 e 28 dias.....	46
Figura 19 - Difratoograma de raios-X da Formulação I com 10% RFP	48
Figura 20 - Difratoograma de raios-X da Formulação FII com 20% RFP.....	49
Figura 21 - Difratoograma de raios-X da Formulação FIII com 30% RFP.....	49
Figura 22 - Micrografia obtidas no MEV da Formulação FI (a) 200x; (b) 500x; (c) superfície da amostra (d) espectro do EDS	51
Figura 23 - Micrografia obtidas em MEV da formulação FII (a) 200 x (b) 500 x (c) superfície da amostra (d) espectro do EDS	52
Figura 24 - Micrografia obtida em MEV da Formulação FIII (a) 200 x (b) e (c) 500 x (d) superfície da amostra e (e) espectro do EDS.....	54

LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Matéria-prima utilizada para confecção da pasta geopolimérica	33
Tabela 2 - Proporções das fontes sólidas utilizadas na pasta geopolimérica.....	37
Tabela 3 - Razões molares de Si/Al dos geopolímeros sintetizados	37
Tabela 4 - Composições químicas das matérias primas	45

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	16
2	OBJETIVOS	18
2.1	OBJETIVO GERAL.....	18
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
3.1	GEOPOLÍMEROS	19
3.1.1	Classificação e estrutura dos Geopolímeros.....	20
3.1.2	Geopolimerização ou ativação alcalina.....	23
3.1.3	Vantagens e aplicação dos Geopolímeros	26
3.2	METACAULIM (MTC).....	28
3.3	FILITO.....	29
3.4	ESCÓRIA DE FORNO PANELA (RFP).....	30
4	MATERIAIS E MÉTODOS	32
4.1	MATÉRIAS.....	33
4.1.1	Matérias-primas.....	33
4.1.1.1	Metacaulim (MTC).....	33
4.1.1.2	Filito.....	33
4.1.1.3	Rejeito de forno panela (RFP)	34
4.1.1.4	Solução alcalina	34
4.1.2	Equipamentos e vidrarias	34
4.1.3	Caracterização da matéria-prima	35
4.1.3.1	Análise Química	35
4.1.3.2	Análise Mineralógica.....	36
4.1.3.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS)	36
4.2	METODOLOGIA.....	37
4.2.1	Preparação das formulações	37

4.2.2	Síntese da pasta geopolimérica	38
4.2.3	Processo de conformação e cura.....	39
4.2.4	Caracterização das amostras geopolimérica	40
4.2.4.1	Módulo de ruptura à compressão.....	40
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	42
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	42
5.1.1	Caracterização mineralógica	42
5.1.2	Caracterização química.....	44
5.2	CARACTERIZAÇÃO DO GEOPOLÍMERO	45
5.2.1	Resistência Mecânica.....	45
5.2.2	Análise mineralógica	48
5.2.3	Análise Microestrutural	50
6	CONCLUSÕES.....	56
	REFERÊNCIAS	57

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, uma maior conscientização das questões ambientais e das políticas públicas, vêm fazendo com que surjam novas propostas de reciclagem e redução da quantidade de resíduos gerados. Neste contexto, a escória constitui um dos principais resíduos ou subprodutos gerados pelas usinas siderúrgicas. Segundo dados do Instituto Aço Brasil, cerca de 30% da produção brasileira de escória de aciaria não é aproveitada, e sim destinada a aterros industriais, ocasionando custos de disposição (BIGNO, 2008).

O cimento Portland é o material de construção civil mais amplamente utilizado, gerando um grande impacto no desenvolvimento da economia (TORGAL, et al., 2009). Por outro lado, a fabricação do cimento é responsável pela emissão de vários gases, especialmente o CO₂, um dos principais gases causadores do efeito estufa. De acordo com Davidovits (2013), a produção de 1 tonelada de clínquer gera 0,95 toneladas de CO₂. As emissões anuais de CO₂ oriundas da produção de cimento chegam a quase 3 bilhões de toneladas por ano no mundo (DAVIDOVITS, 1994). Isto lança grandes desafios às indústrias e grandes centros de pesquisas a produzir materiais que não danifiquem o meio ambiente e que apresentem melhores propriedades química, física ou mecânica (CASTALDELLI, 2013).

A utilização de resíduos e subprodutos industriais na produção de materiais alternativos voltados para a construção civil apresenta-se como uma excelente alternativa para a redução do impacto ambiental já que este setor consome grande volume de recursos naturais (BIGNO, 2008). Na tentativa de se minimizar o impacto ambiental associado ao cimento Portland, vários estudos têm sido realizados com o objetivo de se substituir parcialmente o cimento Portland por materiais ambientalmente viáveis (VASSALO, 2013).

Neste contexto surge o geopolímero que é um material relativamente novo, foi descrito pela primeira vez em patentes por Prof. Davidovits como uma adaptação moderna do aglomerante utilizado pelos romanos e egípcios. Ele atesta através de estudo químicos e mineralógicos que os blocos das pirâmides do Egito não são de pedra calcária natural, mas sim de um aglomerante feito da mistura de calcário de Gizé com hidróxido de sódio, produzido no local pela mistura de cal, carbonato de sódio e água (DAVIDOVITS, 1994).

Os geopolímeros são uma nova família de materiais à base de aluminossilicatos polimerizados, obtidos por um processo semelhante àquele empregado na síntese de zeólitas cristalinas (DAVIDOVITS, 1988). Considerado de alto desempenho, tem encontrado aplicações estruturais e refratárias nas mais diversas áreas, desde as indústrias de construção civil, cerâmica, petroquímica, nuclear, automobilística, naval, até nas artes plásticas. Suas

aplicações mais importantes ocorrem na substituição de produtos cerâmicos, cimentos e concretos para a indústria de construção, a proteção ao fogo de prédios e de túneis, o controle de resíduos tóxicos e radioativos e produção de materiais compósitos avançados de alta tecnologia para indústria nuclear, farmacêutica, aeronáutica e de transporte (DAVIDOVITS, 1994).

De acordo com Davidovits (1994), outro fator relevante é o baixo custo de produção do geopolímero, como é baseado em materiais aluminossilicatos que ocorrem em abundância na crosta terrestre. O processo de produção é energeticamente econômico, visto que o mesmo é curado a seco em temperaturas abaixo de 100°C.

Dessa forma esse material tem suma importância para o desenvolvimento de uma construção civil com impactos ambientais minimizados, e destacando o barateamento dos custos industriais. Neste contexto, este trabalho realizou uma pesquisa no âmbito inovador para obtenção de uma pasta geopolimérica utilizando como matérias-primas o filito calcinado, metacaulim e o rejeito de forno panela, na tentativa de ampliar o conhecimento. Esta pesquisa avaliou o comportamento microestrutural, mineralógico e mecânico do geopolímero obtido.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver pasta geopolimérica a partir de filito calcinado e metacaulim com adição de rejeito de forno panela, utilizando como agente ativador uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 14 M.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Caracterizar as matérias primas, filito, metacaulim e rejeito de forno panela, através de análise química e mineralógica;
- ✓ Avaliação do comportamento mecânico do geopolímero nas diferentes proporções de rejeito de forno panela;
- ✓ Caracterizar o geopolímero através de análise mineralógicas e microestrutural.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 GEOPOLÍMEROS

Os materiais produzidos pela ativação alcalina de aluminossilicatos vêm sendo estudados em diversos aspectos, tanto pela procura por materiais mais resistentes, como também materiais que possam ser produzidos utilizando matérias-primas de baixo custo, com pouco gasto energético e principalmente como baixa emissão de gases tóxicos na atmosfera (SANTA, 2012).

Os geopolímeros fazem parte de uma classe de materiais com propriedades cimentícias, são materiais com grande potencial tecnológico por aceitarem em sua formulação matérias-primas naturais ou resíduos industriais de diversas fontes, desde que os resíduos sejam ricos em aluminossilicatos amorfos ou semi-cristalinos e que tenham passado por tratamento térmico (SANTA, 2012).

Os geopolímeros são polímeros inorgânicos cuja obtenção se dá pela polimerização de matérias-primas naturais de origem geológica contendo aluminossilicatos (PINTO, 2006). Feng et al (2012) definem geopolímeros como estruturas produzidas pela condensação de unidade tetraédrica de aluminossilicato, com íons de metais alcalinos que equilibram as cargas associadas às estruturas tetraédricas de alumínio. Embora sejam materiais inovadores, sua utilização parece ser bem antiga, havendo muitos indícios de que Romanos, Egípcios, Gregos e outros povos do Oriente Médio os teriam largamente utilizados. Os pesquisadores ucranianos Glukhovsky e Kryvenko têm trabalhado no desenvolvimento de cimentos álcalis-ativados desde a década de 50 (GEO-POL, 2000).

Durante a década de 70, vários incêndios ocorridos na França levaram o governo a incentivar pesquisas nas áreas de química e de materiais. Na maioria desses incêndios, foi observado que as vítimas fatais não apenas sofriam queimaduras, como também se intoxicavam pelos gases emitidos durante a combustão dos materiais. Além disso, algumas estruturas antigas permaneciam intactas após os incêndios, enquanto outras modernas eram bastante atingidas. Observando essa situação, Joseph Davidovits, químico francês, resolveu estudar essas estruturas antigas, assim como a composição e as propriedades químicas das construções do Egito antigo, com o objetivo de entender a origem da excelente durabilidade apresentada por essas estruturas (SOARES, 2006).

Os chamados geopolímeros ou polissialatos, terminologia adotada para abreviatura de poli-silicoaluminatos, foram descritos pela primeira vez em patentes pelo Prof. J. Davidovits

em 1981, em que são apresentados vários exemplos de mistura de reagentes e processos de obtenção. Os polissialatos apresentam características particulares que revelam o seu grande potencial de aplicação como aglomerante, em substituição ao cimento Portland. Segundo o autor, em sua publicação, afirmou que as grandes pirâmides do Egito foram erguidas, há 4.500 anos, com blocos moldados com este material. A preservação das pirâmides através de anos é a prova da extrema durabilidade dos materiais geopoliméricos (PINTO, 2001).

O processo de polimerização envolve a reação química sob condição altamente alcalinas dos minerais Al-Si, produzindo a ligação Si-O-Al-O. por essa razão, a relação Si/Al é a principal variável no processo de geopolimerização (PINTO, 2004).

De acordo com Davidovits (1994), os geopolímeros são constituídos por uma malha tridimensional em que os átomos de silício se alternam com os de alumínio em coordenação tetraédrica, compartilhando todos os oxigênios.

Os polissialatos são anéis de polímeros formados entre Si^{4+} e Al^{3+} em coordenações tetraédricas com quatro oxigênios (DAVIDOVITS, 2002). A presença de alumínio na rede gera um déficit de carga -5 no Al e -4 no Si, fazendo-se necessário a presença de um cátion de compensação para manter a neutralidade. Conforme a base utilizada para ativação teremos um íon disponível como o Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , que irão equilibrar as cargas de Si^{4+} e Al^{3+} ficando presente nas cavidades das estruturas (SANTA, 2012).

Davidovits (2004) constatou que a composição química dos materiais do geopolímero é similar ao das zeólitas cristalinas, mas aqueles apresentam uma estrutura amorfa. As zeólitas são agrupamentos de aluminossilicatos ou de alcalino-terrosos caracterizados por uma elevada superfície interna de contato e grande capacidade de permutação de íons (PINTO, 2004).

Assim, Davidovits empregou essas condições para gerar uma nova classe de minerais ligantes, os geopolímeros, que apresentam estruturas e propriedades semelhantes aos cerâmicos (MELO, 2011).

3.1.1 Classificação e estrutura dos Geopolímeros

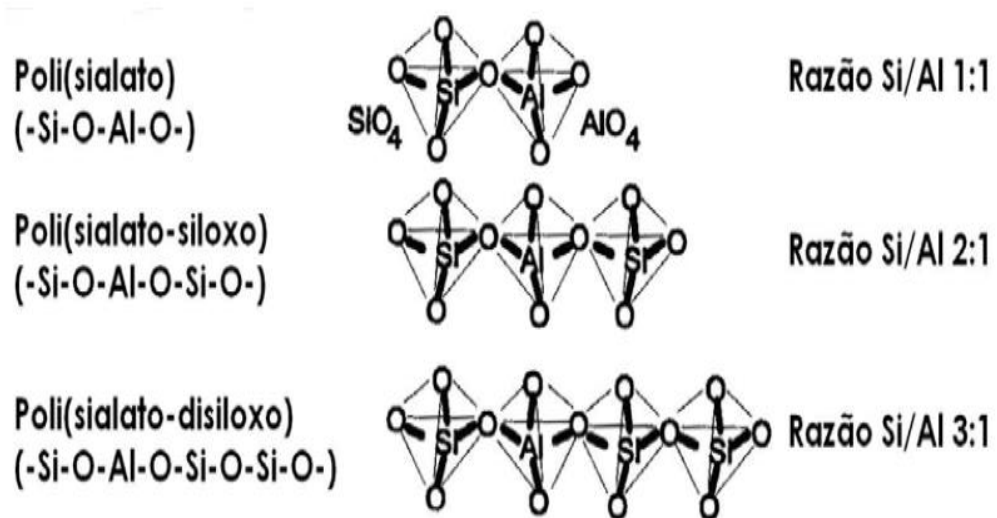
A obtenção do geopolímero se dá pela polimerização de matérias-primas naturais de origem geológica contendo aluminossilicatos (PINTO, 2006). Na literatura, os autores Melo *et al.* (2011) definem geopolímero como estruturas produzidas pela condensação de unidade tetraédrica de aluminossilicato, com íons de metais alcalinos que equilibram as cargas associadas às estruturas tetraédricas de alumínio. Convencionalmente, geopolímeros são

sintetizados a partir de uma mistura de duas partes, constituído por uma solução alcalina e materiais sólidos de aluminossilicato (VASSALO, 2013).

Basicamente são formados por dois componentes: os materiais cimentícios suplementares e os líquidos alcalinos. A escolha dos materiais depende de fatores como a disponibilidade, o custo, o tipo de aplicação e demanda específica do produto final. Os líquidos alcalinos são metais alcalinos solúveis, que geralmente são a base de sódio ou potássio, sendo os mais utilizados o hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH) (WALLAH, 2006).

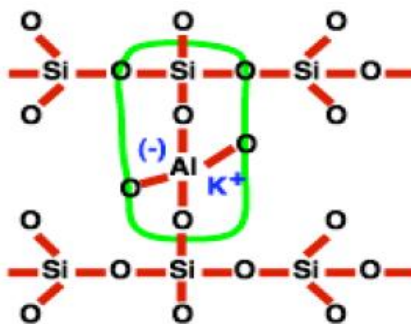
O polissialato é também outra terminologia adotada pelo Davidovits em 1976 para os geopolímero. Polissialatos é a abreviatura de poli-silico-aluminatos. É um material de grande cadeia molecular constituída de silício, alumínio e oxigênio que apresenta estrutura amorfa à semicristalina (DAVIDOVITS, 1976). A estrutura dos polissialatos representa polímeros naturais resultante da reação chamada geo-síntese, a reação de geo-síntese induz o alumínio por ativação alcalina em uma estrutura de matriz silicosa (SILVA, 2000). Essa transformação baseia-se na organização tridimensional em que os átomos de silício (Si) alternam com os alumínios em coordenação tetraédrica, compartilhando os oxigênios. De acordo com a razão Si/Al os arranjos são formados. Esses arranjos são representados por três tipos, como mostra a Figura 1 e 2.

Figura 1 - Representação esquemática dos polissialatos



Fonte: (PINTO, 2004)

Figura 2 - Representação esquemática dos polissialatos Si:Al>3



Fonte: (DAVIDOVITS, 2002)

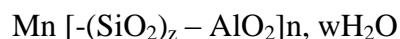
A geopolimerização é basicamente uma reação de hidratação que se verifica entre alguns dos óxidos que constituem os alumino-silicatos em presença de um meio fortemente alcalino. A reação processa-se segundo uma determinada cronologia que está mais ou menos bem identificada (PALOMO. et al, 1999)

- Fase de destruição** – no início do processo os íons hidróxido OH^- provenientes do ativador alcalino dão lugar à destruição das ligações covalentes das espécies presente.
- Fase da orientação e transporte** – destruída a estrutura química de partida, forma-se uma “sopa” de íons que são sujeitos, em face das suas cargas, a processos de orientação e transporte em que a fase líquida assume particular importância.
- Fase de coagulação/precipitação** – começam a forma-se pequenos núcleos de coagulação que rapidamente evoluem para processos de precipitação massiva de gel, que rapidamente endurece ou rigidifica. É nesta última fase que se registram os fenômenos de policondensação, ainda que limitados em extensão e espacialmente desorganizados. Por este motivo, a estrutura final é essencialmente amorfa.

O processo desenvolve-se a baixas temperaturas com formação de orto-sialato, que evoluem depois para poli-sialatos. Esta rede inorgânica, desordenada face à velocidade a que o processo se verifica, é formada essencialmente por cadeias de tetraedros de SiO_4 e AlO_4 , ligados alternadamente entre si e compartilhando todos os oxigênios. Podem formar-se cadeias de repetição mais ou menos longas constituídas pelos monômeros (PINTO, 2004).

Desde 1972, Davidovits vem trabalhando com a caulinita como matéria prima junto com álcalis como NaOH e KOH para a produção de geopolímeros. Porém, mais tarde, Davidovits passou a utilizar a caulinita calcinada a 750°C por 6 horas, a metacaulinita, que

como matéria prima conferia melhor desempenho ao geopolímero. Segundo Davidovits, os polissialatos apresentam a seguinte fórmula empírica:



Onde z é 1, 2 ou 3, M é um íon positivo, n é o grau de policondensação, e w possui um valor em torno de 7. Os polissialatos são polímeros em cadeias ou anéis com Si^{4+} e Al^{3+} em número de coordenação IV com o oxigênio. Os íons positivos (Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , NH_4^+ , H_3O^+) ocupam as cavidades da estrutura para balancear a carga negativa do Al^{3+} em coordenação tetraédrica. Quando z é dois, o polissialato é chamado polissiloxossialato ou PSS. Quando M é sódio ou sódio + potássio, o polímero é chamado polissiloxossialato de sódio, Na-PSS ou de sódio e potássio, Na,K-PSS (SILVA, 2000).

Assim, os geopolímeros são formados pela mistura de uma fonte de alumínio (que deve conter átomos em coordenação IV, V e/ou VI), uma fonte de silício (solução de silicato alcalino), e finalmente uma fonte de óxido de sódio e/ou potássio, proveniente de uma solução que seja concentrada nos seus hidróxidos respectivos e da solução de silicato alcalina. Dessa forma, o que diferencia entre as estruturas formadas é basicamente a razão molar dos óxidos envolvidos na reação (BARBOSA, 1999). Os ligantes geopoliméricos são considerados aluminossilicatos álcali-ativados que consistem de um componente sólido que contém SiO_2 e Al_2O_3 de forma reativa, e uma solução alcalina ativadora de água, hidróxidos alcalinos, silicatos, aluminatos, carbonatos ou sulfatos ou mistura destes (BUCHWALD, 2011).

3.1.2 Geopolimerização ou ativação alcalina

A geopolimerização é um processo que ocorre em condições altamente alcalinas entre aluminossilicatos que passaram por tratamento térmico e bases fortes como hidróxido de sódio e de potássio. Estas são as mais citadas na literatura, podendo ser usadas como ativador simples ou composto com silicato de sódio e de potássio, sendo que os ativadores compostos são considerados mais eficientes. Neste tópico serão relatados os tipos e a influência dos ativadores na estrutura geopolimérica, devido a sua importância como elementos fundamentais no processo de geopolimerização.

A ativação alcalina é um processo químico que permite transformar estruturas vítrias (amorfas, parcialmente amorfas ou metaestável) em um compacto material cimentício (PALOMO, 1999). Ao entrar em contato com uma solução alcalina as espécies de

aluminossilicatos dissolvem-se, pois ocorre a lixiviação de Al^{3+} e Si^{4+} , para que haja êxito nesse processo a concentração do ativador deve ser elevada (SANTA, 2012). Havendo êxito, ocorrerá a quebra das ligações originais da matéria-prima.

A ativação alcalina também é conhecida como Geopolimerização, termo sugerido por Davidovits (1999) para este tipo de reação, conhecida pela semelhança com a síntese dos polímeros orgânicos por meio de condensação e utilização de materiais cimentícios suplementares (PINTO, 2004).

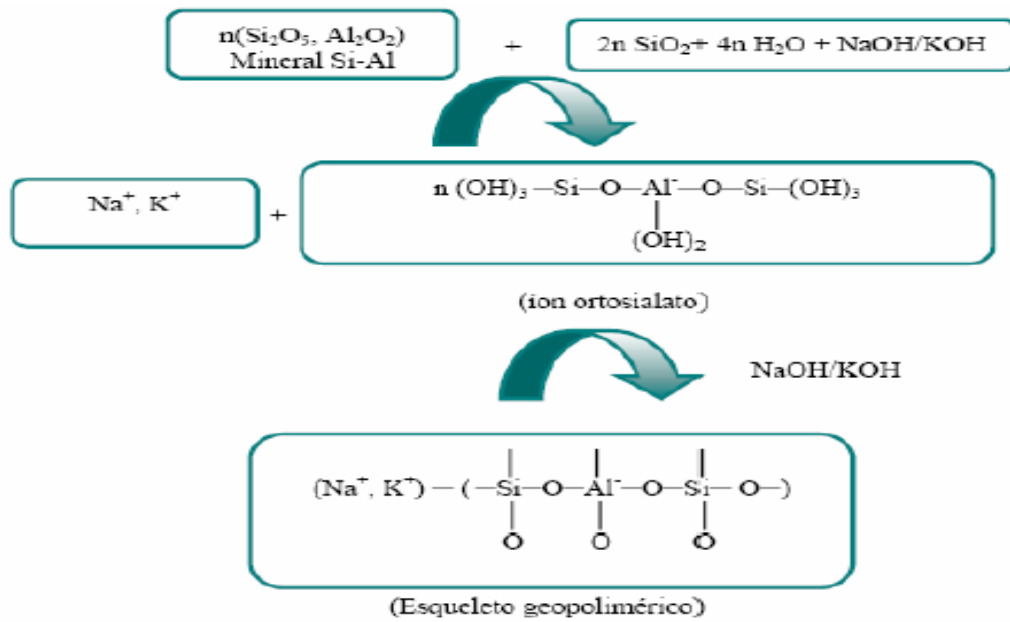
A reação de síntese dos geopolímeros, sendo definida, de modo geral como uma reação de hidratação de alumino-silicatos com substâncias alcalinas ou alcalinoterrosos, sendo uma vasta gama de materiais aluminossilicosos suscetíveis a esse tipo de reação. Há uma grande variedade de nomenclaturas referente aos materiais ativados alcalinamente, tais como: cimento ativado alcalinamente, geopolímeros, cerâmica alcalina, geocimento, concreto de polímero inorgânico. De uma forma geral, dependendo da seleção de matérias-primas e condições de processamento, os materiais ativados alcalinamente podem exibir uma grande variedade de propriedades e características, incluindo elevada resistência à compressão, baixa retração, cura rápida ou lenta, resistência a ácidos, resistência ao fogo e baixa condutividade térmica (SEVERO, 2013).

O mecanismo de reação que dar origem aos materiais ativadores trata-se de um processo químico complexo de dissolução alcalina e precipitação numa solução aquosa de um precursor, sendo responsável pelo endurecimento e propriedades dos álcali-ativados. Os produtos dessa reação dependem também do ativador e da matéria prima e do sistema (Si + Ca). Para o sistema (Si + Al), os produtos da reação são zeólitos parecidos com polímeros (CASTALDELLI, 2013) A Figura 3 apresenta o esquema do processo de geopolimerização e a Figura 4 representa o arranjo espacial da estrutura geopolimerica.

Uma importante informação sobre o ativador, segundo Konmitsas *et al.*(2007) é que o ativador ideal é aquele que está na concentração suficiente para que ocorra balanceamento das cargas de Si^{4+} e Al^{3+} nos tetraedros. O excesso de ativador pode formar carbonatos de sódio em contato com o ar.

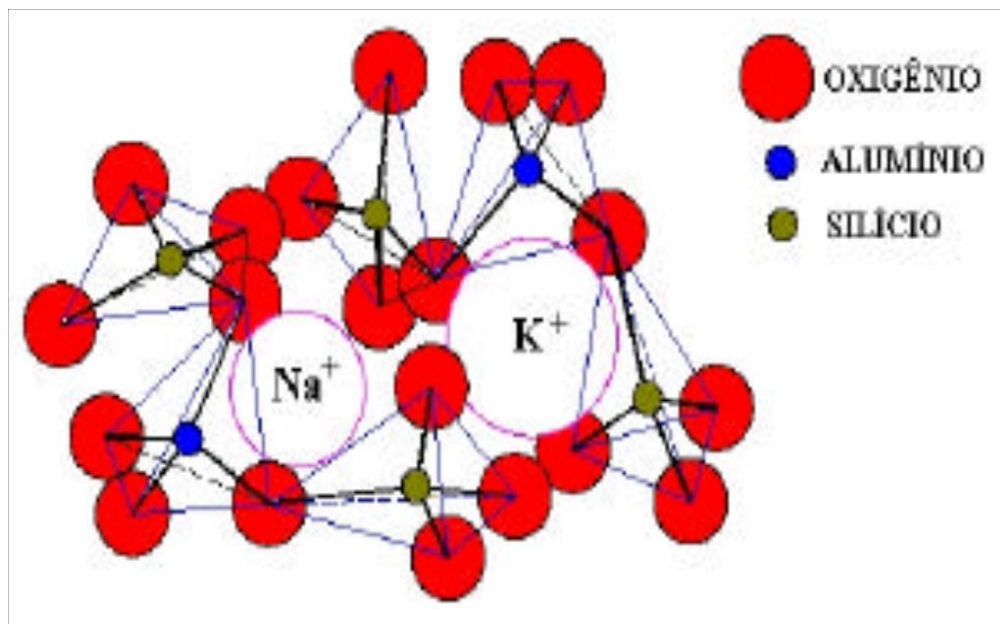
Na reação química pode se observar à liberação da água. Esta água expelida durante o processo de cura é benéfica ao desempenho do geopolímero, pois elimina os poros descontínuos da matriz. A função da água na mistura geopolimerica é apenas de fornecer trabalhabilidade á mistura durante o processo de manipulação (VASSALO, 2013)

Figura 3 - Esquema do mecanismo de geopolimerização



Fonte: (PINTO, 2007)

Figura 4 - Representação esquemática do arranjo espacial da estrutura do geopolímero



Fonte: (PEREIRA, 2005)

A potencialidade do uso dos álcalis abre novas oportunidades para obtenção dos cimentos especiais. Em termos físicos, os aglomerantes obtidos por ativação alcalina, compreendem fundamentalmente duas fases, uma de dissolução da sílica e alumina da matéria prima, quando misturada com a solução alcalina (ativador), onde se obtém a fase de gelificação e outra fase, a de policondensação, onde ocorre o processo de polimerização e

endurecimento dos produtos de reação numa estrutura polimérica (TORGAL *et al.*, 2005). Segundo Palomo *et al.*(1999), o objetivo geral da ativação alcalina é a separação dessas duas fases, o que facilita e potencializa o processo de ganho de resistência. De modo geral, até a década de 80, vários trabalhos foram desenvolvidos sobre a obtenção de cimentos álcali-ativados. A partir de então, tem-se uma nova fase de pesquisa através da criação do geopolímero. De acordo com Livi (2013), classifica-se este novo tipo de aglomerante como o cimento de terceira geração, que agora surge como uma alternativa para o cimento Portland, por apresentar características de resistência mecânica e desempenho ambiental.

3.1.3 Vantagens e aplicação dos Geopolímeros

Os materiais geopolimérico são extremamente atrativos, pois, podem ser sintetizados a partir de resíduos industriais que possuam aluminossilicatos amorfos, em sua estrutura, e possuem características favoráveis para substituir os cimentos tradicionais, parcial ou totalmente. Esses materiais aderem extraordinariamente para reforço do aço e são duráveis em ambientes agressivos (MIRANDA *et al.*,2005).

Embora a utilização dos concretos e cimentos geopoliméricos ainda se restrinja aos países desenvolvidos, têm-se importantes pesquisas dirigidas para o seu desenvolvimento, devido à ampla gama de aplicações para estes materiais. Na Austrália, Europa e no Canadá, o concreto geopolimérico é utilizado como dormentes de ferrovias, painéis pré-fabricados de edificações, blocos, refratários, reparações de rodovias, obras de infraestrutura e outros (VASSALO, 2013). Segundo Davidovits (2002), em 1987, iniciou no Canadá o encapsulamento de resíduos de metais pesados. Os resultados foram excelentes, porém as pesquisas pararam por falta de apoio político. O mesmo autor cita que para selar os materiais perigosos o objetivo é criar uma matriz sólida que liga os elementos de risco e formar um monólito impermeável e durável para resistir a estresses ambientais.

Davidovits (2002), na Conferência de Geopolímero em Melbourne, relatou seu interesse em pesquisar materiais não inflamáveis após uma sequência de incêndios ocorridos na França entre 1970 e 1973. Na busca de desenvolver materiais poliméricos inorgânicos de alta resistência iniciou sua investigação com os minerais silico-aluminatos no processo de geo-síntese. Fundou, em 1972, sua empresa privada, que deu origem a várias patentes e também lista várias aplicações dos geopolímeros como painéis de madeira resistente ao fogo, artefatos decorativos de pedra, geopolímero expandido de isolamento térmico para produção de painéis, e sistemas de resinas de alta tecnologia.

Ainda segundo Davidovits (2002), o concreto geopolimérico também é utilizado em aplicações de infraestrutura e reparação de rodovias. Outro exemplo mostrado pelo mesmo autor é o avião da companhia aeronáutica francesa *Dassault Aviation*, denominado *Rafale*, desenvolvidos através da utilização de moldes geopoliméricos.

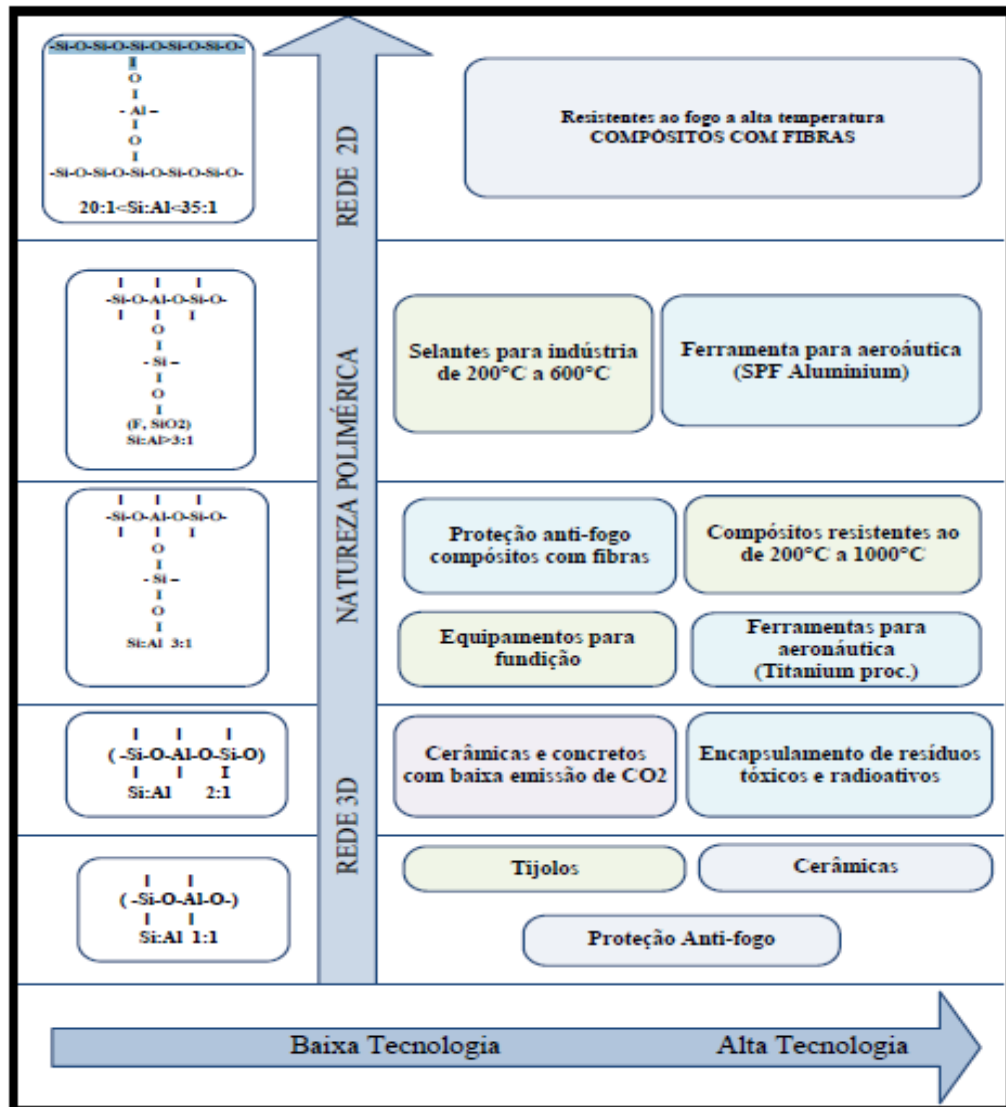
Quando comparado com o cimento Portland, os cimentos geopoliméricos possuem as seguintes características (BIGNO, 2008):

- Grande disponibilidade de recursos minerais: dentre eles algumas pozolanas ou outros materiais fontes de silicatos ou aluminossilicatos, que são prontamente dissolvidos na solução alcalina para a produção dos geopolímeros;
- Economia de energia e proteção ambiental: os geopolímeros não requerem grandes quantidades de energia para a sua produção. O processamento térmico dos aluminossilicatos a temperaturas relativamente baixas entre 600 e 800 °C resulta em uma economia de 3/5 de energia, quando comparado com a produção do cimento Portland. Outro aspecto é a redução significativa de emissão de CO₂ (80 a 90% a menos, de emissão);
- Boa estabilidade volumétrica: os geopolímeros apresentam retração mais baixa que a do cimento Portland;
- Técnica de preparação simples: o geopolímero pode ser sintetizado pela simples mistura de aluminossilicatos reativos às soluções alcalinas, e depois curados a temperatura ambiente. A preparação do geopolímero é muito similar à do cimento Portland.

Os geopolímeros podem ser utilizados como materiais refratários, materiais para aplicações balísticas, cimentos para ambientes agressivos, cimentos para reparos estruturais, pavimentação, cimentação de poços de petróleo, contenção de resíduos tóxicos e radioativos, remediação de solos contaminados, isolamento de vazamento de reatores nucleares (LIMA, 2004).

Como são materiais versáteis, os geopolímeros têm elevado potencial para aplicação em diversos ramos industriais, tais como: automobilística, aeronáutica e nas indústrias de fundição de materiais não-ferrosos. Na indústria da construção civil estes materiais cimentícios, produzidos com baixa energia e com baixo impacto ambiental, surgem como uma nova classe de materiais de alto desempenho para aplicações estruturais como aglomerante mineral capaz de substituir total ou parcialmente o cimento Portland (BIGNO, 2008). A Figura 5 apresenta algumas aplicações geopoliméricas.

Figura 5 - Espécies geopolimérica desenvolvidos com sucesso em aplicações



Fonte: (DAVIDOVITS, 2002)

3.2 METACAULIM (MTC)

O metacaulim é uma matéria prima utilizada em diversos estudos envolvendo ativação alcalina, e provém da desidroxilação do caulim. O Brasil produz cerca de 0,8 milhão de toneladas/ano de caulim (NITA, 2006). O caulim é um minério e sua microestrutura é composta por silicatos hidratados de alumínio, tendo como um dos principais constituintes a caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), também pode ser formado pela haloisita ($\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4\text{Al}_2\text{nH}_2\text{O}$). Sua composição é geralmente expressa em óxido, o que descarta a possibilidade de alguns elementos encontrarem-se em forma mais complexas e muitas vezes não catalogadas. Sua coloração é branca, pode variar conforme o teor de ferro, o ponto de

fusão está na faixa de 1650 a 1775°C, comparado com outras argilas o caulim possui baixa resistência e granulometria mais grosseira, em sua estrutura apresenta lamelas hexagonais bem cristalizadas (MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA, 2011)

O caulim é um dos constituintes do cimento Portland branco e, por possuir em sua fórmula silício e alumínio, vem sendo estudado por diversos pesquisadores como uma das matérias-primas atrativas para produção de geopolímeros. No entanto, para produção de geopolímeros o caulim passa por tratamento térmico, em temperaturas pré-definidas dependendo da origem e dos equipamentos utilizados, para sofrer desidroxilação e transforma-se em metacaulim. O processo de desidroxilação torna o material mais reativo e apropriado para sofrer ativação alcalina (SILVA, 2016).

O metacaulim possui em sua composição elementos essenciais para produção de geopolímero, entre eles SiO_2 , cerca de 52%, e Al_2O_3 com aproximadamente 40%. Os outros 8% são considerados impurezas, e os elementos que as compõem são quartzo e outros argilominerais como feldspato, a mica, gipsita, ferro e materiais orgânicos (NITA, 2006).

O metacaulim é produzido por meio do tratamento térmico do caulim a temperaturas entre 500 e 850°C. O processo visa remover apenas os grupos estruturais de hidroxila e criar instabilidade química pela mudança do número de coordenação do alumínio, de seis para quatro. Entre 1000 °C e 1050 °C ocorrem transformações de fase, passando o metacaulim para uma mistura de mulita, cristobalita e sílica-alumina (BIGNO, 2008).

Estas transformações de fase são indesejáveis, já que promovem o rearranjo dos átomos sob configurações de mais baixa energia, ou seja, ocorre cristalização do material, o que acarreta baixa reatividade quando utilizado para sintetizar o geopolímero (SILVA, 2000).

Com a transformação do caulim em metacaulim, o material se torna muito mais reativo, com propriedades pozolânicas. Além disso, o produto obtido pode ter diferentes graus de finura, superfície específica e também apresentar colorações variadas. Essas características dependem da composição química e mineralógica do caulim de base (VASSALO, 2013).

A adição de caulinita é necessária para aumentar a taxa de dissolução da alumina e melhorar a polimerização, porém em quantidades não muito elevadas, para não provocar maciez na estrutura, o que inviabiliza seu uso para aplicações em construção (SANTA, 2012).

3.3 FILITO

O filito é uma rocha que apresenta superfícies de clivagem brilhosas e sedosas, além de possuir xistosidade acentuada (existência de planos paralelos), ou foliação, resultantes de

recristalização. A rocha apresenta aparência de finas lâminas paralelas. A coloração é variável, de branco-prateada, esverdeada, amarelada, avermelhada, e até mesmo negra (COSTA,1969). É uma possível fonte de Al-Si como substituto parcial da metacaulinita na geopolimerização. Apresenta um aspecto argiloso e, no Brasil, é possível encontra-lo em diversas áreas geológicas. É um material fácil de pulverizar, fornecendo um pó finíssimo, e seus componentes essenciais são filossilicatos de pequeno tamanho de grão, como a mica muscovita finamente dividida ou sericita e caulinita, e quartzo (VALERA *et. al.*,2002).

Estes materiais são empregados em massas cerâmicas de grês sanitário, indústrias de argamassa, plastificante, ração animal, pigmentos, aglutinantes, concretos especiais, e materiais à prova de água devido à baixa permeabilidade. Os filitos são utilizados como substitutos parciais da fração argilosa e do feldspato da fração fundente das cerâmicas. As características fundentes surgem devido ao alto conteúdo de álcalis, da ordem de 7%. Seu emprego em diversos teores aumenta a velocidade de sinterização de massas cerâmicas para louça de mesa, em ladrilhos de piso, em azulejos e em materiais refratários (suportam altas temperaturas sem deformar ou fundir). Devido à diversidade da natureza química e mineralógica, suas propriedades são tanto de materiais plásticos como de não-plásticos (SANTOS, 1992).

Além das inúmeras aplicações citadas, sua utilização apresenta grande vantagem pelo fato de ser um material com valor agregado bastante inferior ao de outras cargas minerais que substitui, e de ser uma rocha abundante na crosta terrestre (VALERA *et.al.*,2002).

3.4 ESCÓRIA DE FORNO PANELA (RFP)

As escórias são resíduos gerados pela indústria do aço e tem como seus principais constituintes SiO_2 , Al_3O_2 , CaO , MgO e Fe_2O_3 . São potencialmente reativas para sofrer ativação alcalina e produzir geopolímeros, por possuírem 95% de material vítreo em sua microestrutura. A explosão vítrea ocorre quando o ácido argiloso do minério de ferro (SiO_2 e Al_3O_2) e óxidos básicos (CaO e MgO) combinam-se em altas temperaturas, cerca de 1600-1700 °C, e é resfriado repentinamente a menos 800 °C (ROSA, 2001). As escórias saem do forno a aproximadamente 1700 °C e, conforme o resfriamento será o resultado da composição mineralógica das escórias. Se for resfriado rapidamente o principal constituinte será vítreo, pois neste caso não há tempo para a formação de cristais. Nesse caso, a energia é retida e a escória se torna termodinamicamente menos estável e potencialmente apta para produção de

ligantes hidráulicos. No entanto, ao ser resfriado lentamente a composição é em grande parte cristalizada, podendo ser utilizada como agregado (MOREIRA, 2006).

O pesquisador Glukhovsky, em 1957, foi o primeiro a produzir um ligante a partir da ativação de escórias. Para o cientista Davidovits (2011), a reatividade da escória a torna apta para sofrer ativação alcalina, segundo ele as escórias são rentáveis e é possível produzir materiais geopoliméricos a partir de escórias em pequena variação de tempo e em temperatura ambiente.

Nos processos siderúrgicos, a escória pode ser de dois tipos, alto-forno e aciaria (LD e elétrica), em função de seu processo de produção. Quando gerada em alto-forno, é chamada de escória de alto-forno. Quando gerada em forno elétrico a arco ou conversor a oxigênio, é denominado de escória de FEA ou LD, e comumente chamada somente de escória de aciaria em muitos trabalhos científicos e tecnológicos. Esta generalização dificulta, muitas vezes, a definição da origem da escória estudada (CARDOSO, 2009).

A escória é composta de óxidos metálicos e não-metálicos, gerados tanto na fusão redutora dos minérios para a obtenção do ferro-gusa (escória de alto-forno) como na produção de aço (escória de aciaria). A escória do forno panela geralmente é básica (1,8 e 3,0% de CaO e SiO₂) e redutora, é conhecida pela característica de “esfarelar” (virar pó) quando resfria (CARDOSO, 2009).

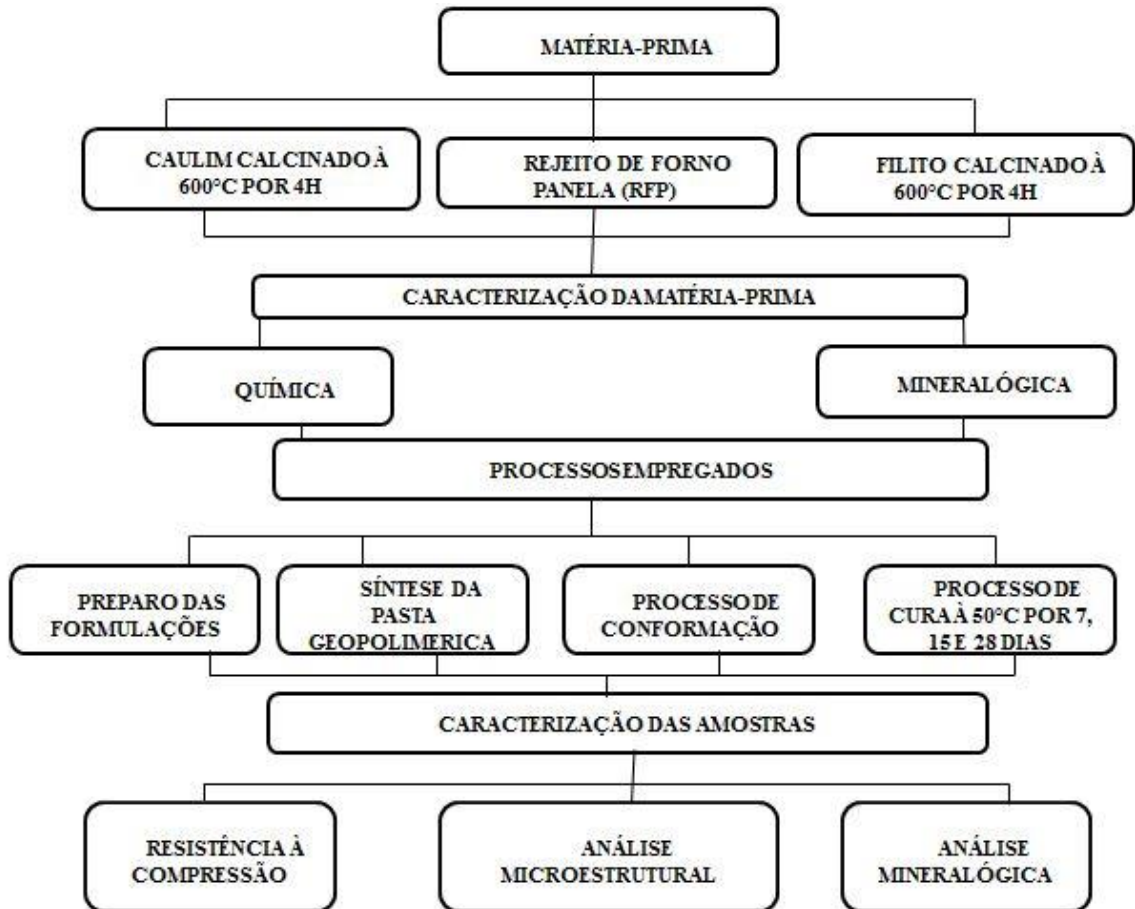
A composição mineralógica singular da escória de forno panela favorece o desenvolvimento de propriedades cimentícias muito apreciadas na construção civil (ÂNGULO *et.al.*, 2000). As propriedades cimentícias da escória de forno panela de aciaria elétrica, aumentam na presença de um ativador alcalino em temperatura ambiente (MARINHO, 2013)

Hoje, o aproveitamento total dos resíduos sólidos gerados numa indústria é uma necessidade, devido à escassez dos recursos naturais não renováveis e à busca pela minimização de resíduos e uso de tecnologias mais limpas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste tópico serão apresentados os materiais e os procedimentos experimentais adotados no desenvolvimento deste trabalho. A Figura 6 apresenta um fluxograma envolvendo as etapas dos procedimentos desenvolvidos.

Figura 6 - Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Autor, (2017)

4.1 MATÉRIAS

4.1.1 Matérias-primas

Neste trabalho foram utilizados como matéria-prima, para a preparação da pasta geopolimérica, o filito da região de Marabá-PA, metacaulim proveniente da calcinação do caulim disponibilizado pela (Imerys S.A) e rejeito de forno panela concedido pela SINOBRAS. O ativador alcalino utilizado foi uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 14 M conforme pode ser visualizado na Tabela 1.

Tabela 1 - Matéria-prima utilizada para confecção da pasta geopolimérica

MATERIA-PRIMA	PROCEDÊNCIA
Metacaulim (MTC)	Calcinação do caulim (Imerys S. A)
Filito	Região de Marabá-PA
Rejeito de Forno Panela (RFP)	SINOBRAS
Hidróxido de sódio (NaOH)	Comercial

Fonte: Autor (2017)

4.1.1.1 Metacaulim (MTC)

Como fonte de Al-Si padrão, foi utilizado metacaulim, produzido pela calcinação do caulim (Imerys S.A) a 600 °C por 4 horas, com o propósito de aumentar sua reatividade química. Essa transformação consiste em uma mudança do estado cristalino para o estado amorfo, facilitando a formação do geopolímero.

A calcinação foi executada em um forno mufla da marca MARCONI, modelo MA 385/3 com capacidade de aquecimento de até 1100 °C.

4.1.1.2 Filito

Como fonte alternativa de Al-Si foi utilizada filito, devido sua abundância em diversas áreas geológica, e por ser um material fácil de pulverizar, fornecendo um pó de granulometria muito fina. Para que o mesmo apresentasse uma granulometria adequada, foi peneirado em

malha de 100 mesh Tyler (150 μ m). Com intuito de aumentar a reatividade do material, ele foi calcinado a 600 °C por 4 horas.

A calcinação foi executada em um forno mufla da marca MARCONI, modelo MA 385/3 com capacidade de aquecimento de até 1100 °C.

4.1.1.3 Rejeito de forno panela (RFP)

Para a incorporação do rejeito de forno panela no desenvolvimento do geopoliméromo deste trabalho, foi necessário que houvesse um tratamento prévio do material. Este tratamento consistiu em uma moagem das calotas de escória em um moinho de bolas modelo BOND MB-WI-12 X 12 durante 12 minutos, a fim de se obter a granulometria adequada.

O pó resultante foi passado na peneira de malha 100 mesh Tyler (150 μ m).

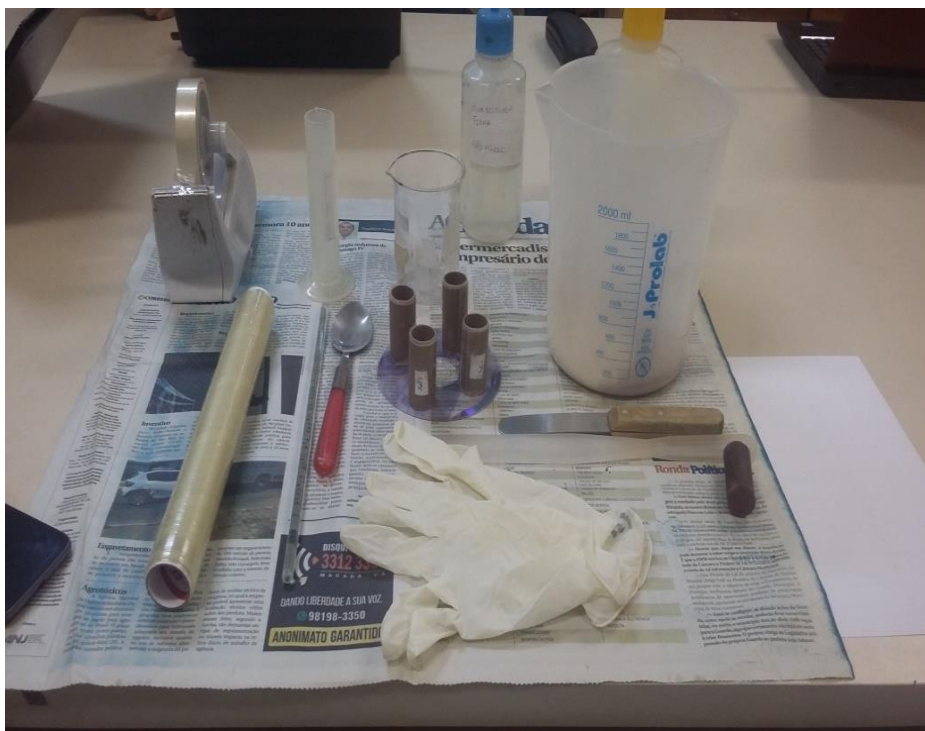
4.1.1.4 Solução alcalina

O ativador alcalino utilizado foi uma solução hidróxido de sódio (NaOH), na concentração de 14 M.

4.1.2 Equipamentos e vidrarias

- ✓ Estufa da marca Nova Ética;
- ✓ Balança marca MARTE e modelo UX8200S;
- ✓ Peneira (#100 mesh) da marca BERTEL;
- ✓ Mufla da marca MARCONI modelo MA 385/3;
- ✓ Moinho de Bolas BOND MB-WI-12 X 12;
- ✓ Máquina de ensaio de compressão modelo I 3025 B série 313 PAVITEST da marca CONTENCO;
- ✓ Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) TM3000 da marca HITACHI;
- ✓ Difractômetro de raios-X, MINIFLEX600 da marca RIGAKU;
- ✓ Backeres, cadinho, bastão de vidro, espátula, pipetas e cilindros plásticos.

Figura 7 - Vidraria utilizada para confecção dos corpos-de prova



Fonte: Autor, (2017)

4.1.3 Caracterização da matéria-prima

As matérias-primas foram submetidas às análises química e mineralógica.

4.1.3.1 Análise Química

A composição química do metacaulim, filito e do RFP foram determinados por meio de espectroscopia por fluorescência de raios-X. Esta análise foi realizada para identificar os componentes presentes na amostra (análise qualitativa) e estabelecer as proporções em que cada componente se encontra presente (análise quantitativa) em termos de óxidos. Mediante os resultados obtidos, foi possível determinar a quantidade de SiO_2 e Al_2O_3 presentes nas matérias-primas, elementos de suma importância para que ocorra a geopolimerização. Os ensaios de FRX foram realizados em um Espectrômetro da marca modelo *Epsilon3-XL* da marca PANalytical, no Laboratório de análises da SINOBRAS de Marabá-PA.

4.1.3.2 Análise Mineralógica

Os ensaios de difração de raios-X permitem a determinação mineralógica dos sólidos cristalinos presente no material. O ensaio consiste na produção de um feixe de raios difratados, quando um feixe de raios-X incide sobre um material cristalino. O ângulo de difração (θ) depende do comprimento de onda dos raios-X (λ) e da distância interplanar (d), conforme a Lei de Bragg como mostra a Equação 1 (AZEVEDO DIAS, 2008).

$$n_f \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (\text{Eq.1})$$

n_f : ordem de reflexão (número inteiro)

A determinação das fases mineralógicas, constituintes das matérias-primas foi feita através de difratometria de raios-X, utilizando um difratômetro *Rigaku miniflex600* K₂-Cu, 10° min pertencente ao Instituto de Geociências e Engenharia (IGE) da Unifesspa.

4.1.3.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS)

O microscópio eletrônico de varredura, MEV, é um equipamento versátil que permite a obtenção de informações morfológicas de materiais diversos. Um feixe fino de elétrons de alta energia incide na superfície da amostra, sendo parte do feixe refletida e coletada por um detector que converte este sinal em imagem por elétrons retro-espalhados (AZEVEDO DIAS, 2008). A amostra também emite elétrons, produzindo a chamada imagem por elétrons secundários. Pode-se utilizar, ainda, a emissão de raios-X através de uma sonda acoplada ao MEV, que fornece a composição química de um ponto ou região da superfície, possibilitando a identificação de praticamente qualquer elemento presente.

O EDS (*Energy Dispersive System*) é um acessório essencial no estudo de caracterização microscópica de materiais. O uso em conjunto do EDS com o MEV é de grande importância na caracterização e estudo nas geociências. Enquanto o MEV proporciona nítidas imagens (ainda que virtuais, pois o que se vê no monitor do computador é a transcodificação da energia emitida pelas partículas, ao invés da radiação emitida pela luz, ao qual estamos habitualmente acostumados), o EDS permite sua imediata identificação. Além da identificação mineral, o equipamento ainda permite o mapeamento da distribuição de elementos químicos por minerais, gerando mapas composicionais de elementos desejados (DUARTE *et al.* 2003).

A determinação da microestrutura das amostras geopoliméricas foi feita através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) e EDS modelo TM 3000 da marca HITACHI pertencente ao Instituto de Geociência e Engenharia (IGE) da Unifesspa.

4.2 METODOLOGIA

Os processos realizados para confecção dos corpos-de-prova até a etapa de cura das pastas geopolimérica são descritos a seguir.

4.2.1 Preparação das formulações

As proporções das fontes sólidas (MTC, filito e RFP), que foram utilizadas no desenvolvimento do geopolímero deste trabalho, estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2 - Proporções das fontes sólidas utilizadas na pasta geopolimérica

FORMULAÇÃO	MTC (%)	FILITO (%)	RFP (%)
F I	30	60	10
F II	30	50	20
F III	30	40	30

Fonte: Autor, (2017)

Foi calculado as razões molares de Si/Al para cada geopolímero sintetizado, ao qual está descrito na Tabela 3.

Tabela 3 - Razões molares de Si/Al dos geopolímeros sintetizados

Formulação	Razão de Si/Al
F I	3,7
F II	3,8
F III	3,8

Fonte: Autor, (2017)

O tipo de aplicação de materiais geopolimérico é determinado pela estrutura química em termos da proporção atômica Si/Al na polissialato. Uma baixa relação de Si/Al igual a 1, 2 ou 3, inicia uma rede 3D que é muito rígida. E podem ser aplicadas em tijolos e cerâmicas

(razão igual a 1), cimentos e concretos de baixo CO₂ (razão igual a 2) e compósito de fibra de vidro para proteção contra incêndios e equipamentos de fundição (razão igual a 3) e etc. (RANGAN, 2014).

4.2.2 Síntese da pasta geopolimérica

O método de preparo das amostras geopoliméricas consistiu na mistura entre os sólidos e o ativador alcalino.

Primeiro foi preparado uma solução alcalina. Segundo a literatura, a concentração da solução de hidróxido de sódio pode variar no intervalo de 8 a 16 M. Neste trabalho, a solução utilizada nas formulações das pastas geopoliméricas foi de 14 M, a qual foi adicionada aos sólidos e homogeneizada até a obtenção de uma massa pastosa.

Antes da adição da solução alcalina, os sólidos (MTC, filito e RFP) foram misturados de forma manual por 5 minutos, até a obtenção da completa homogeneização dos secos (Figura 9) e em seguida adicionado a solução (NaOH) e novamente misturado até se obter uma pasta uniforme e consistente com boa trabalhabilidade.

A Figura 8 mostra as matérias-primas e a Figura 9 os sólidos homogeneizados.

Figura 8 – Matéria prima.



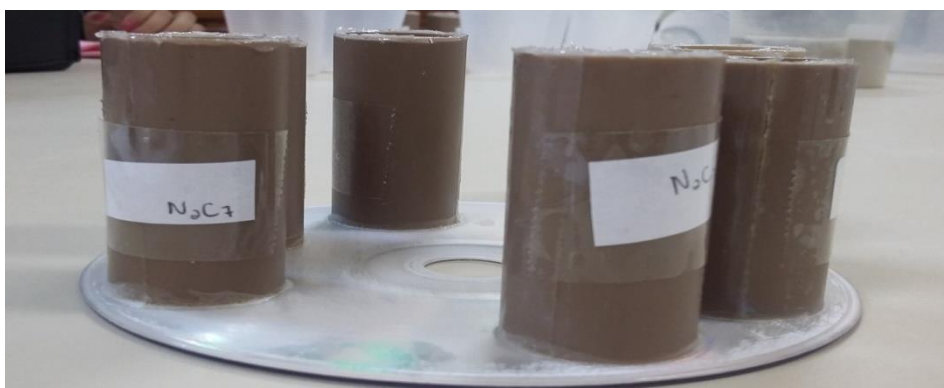
Fonte: Autor, (2017)

Figura 9 - Homogeneização da matéria prima

Fonte: Autor, (2017)

4.2.3 Processo de conformação e cura

Após a formação da pasta geopolimérica, os corpos-de-prova foram conformados em moldes cilíndricos com dimensões de 2,5 x 5 cm (diâmetro x altura). Os moldes foram selados com filme de polietileno para evitar a perda de água devido à reação exotérmica da geopolimerização, em seguida, as amostras foram levadas a estufa e submetidas à cura em temperatura de aproximadamente 50 °C, por um período de 7, 15 e 28 dias. Para cada tempo de cura foram confeccionados dois corpos-de-prova. A Figura 10 mostra os moldes dos corpos-de-prova e identificação das amostras. Durante essa etapa, foi indispensável à utilização da luva, visto que a alta alcalinidade da pasta pode provocar queimaduras em contato com a pele.

Figura 10 - Molde dos corpos-de-prova.

Fonte: Autor, (2017)

Após a cura, as amostras foram desmoldadas, medidas (Figura 11) e submetidas a ensaio de compressão e em seguida caracterizada a fratura através da difração de raios-X (DRX), Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS).

Figura 11 - Aferição dos corpos de prova



Fonte: Autor, (2017)

4.2.4 Caracterização das amostras geopolimérica

Os geopolímeros produzidos foram caracterizados pelas seguintes técnicas: Difractometria de Raios-X (DRX), pelo Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS), além destes, foram também caracterizados pelas suas propriedades mecânicas.

4.2.4.1 Módulo de ruptura à compressão

A determinação do módulo de ruptura à compressão (MRC) expressa à resistência mecânica à compressão dos corpos de prova cilíndrico. Os procedimentos desse ensaio seguiram a norma ASTM C133-97 e foram realizados em máquina de ensaio de compressão modelo I 3025 B serie 313 PAVITEST da marca CONTENCO. Os ensaios foram realizados no laboratório de materiais de construção civil no Instituto Federal do Pará-IFPA.

Foram avaliadas as resistências à compressão dos geopolímeros sintetizados a partir do metacaulim, filito e rejeito de forno panela, curados por 7, 15 e 28 dias. Estes ensaios foram realizados em torno de 1 hora após a retirada dos corpos-de-prova da estufa, os mesmos

foram lixados para obtenção de uma superfície lisa e plana. A Figura 12 mostra a máquina de ensaio de compressão.

Figura 12 – Máquina de ensaio de compressão



Fonte: Autor, 2017

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

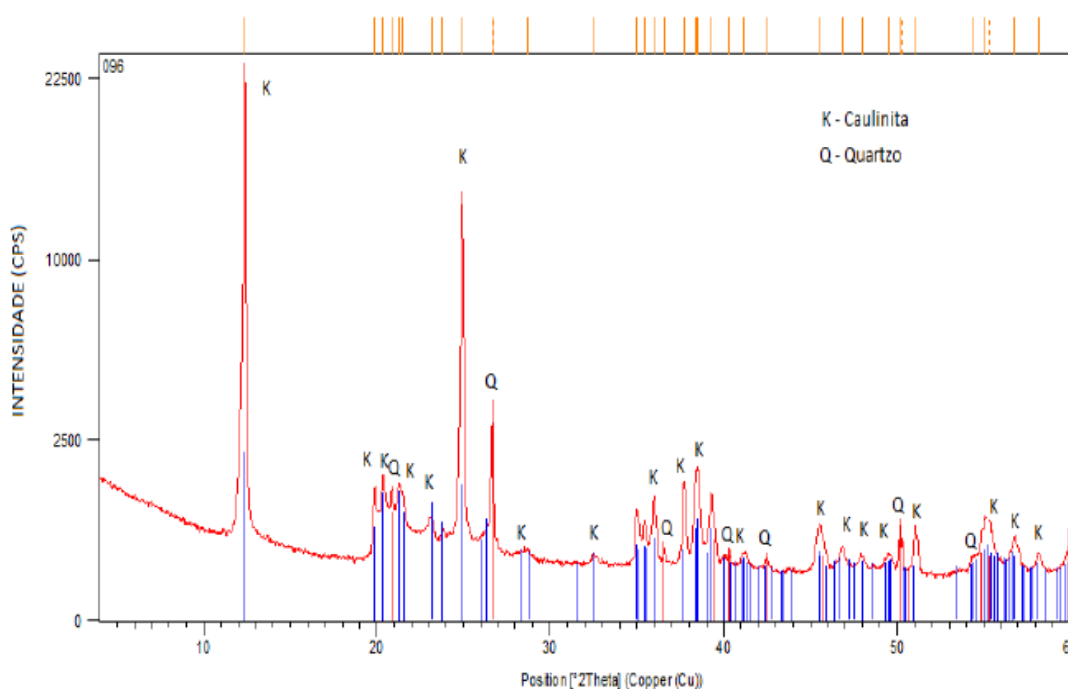
5.1 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

Foram determinadas as características mineralógicas do filito, caulim e do rejeito de forno panela.

5.1.1 Caracterização mineralógica

A composição mineralógica do caulim está evidenciada na Figura 13, a principal característica do caulim é a presença de caulinita em maior proporção e um menor teor de quartzo (VALERA, 2002).

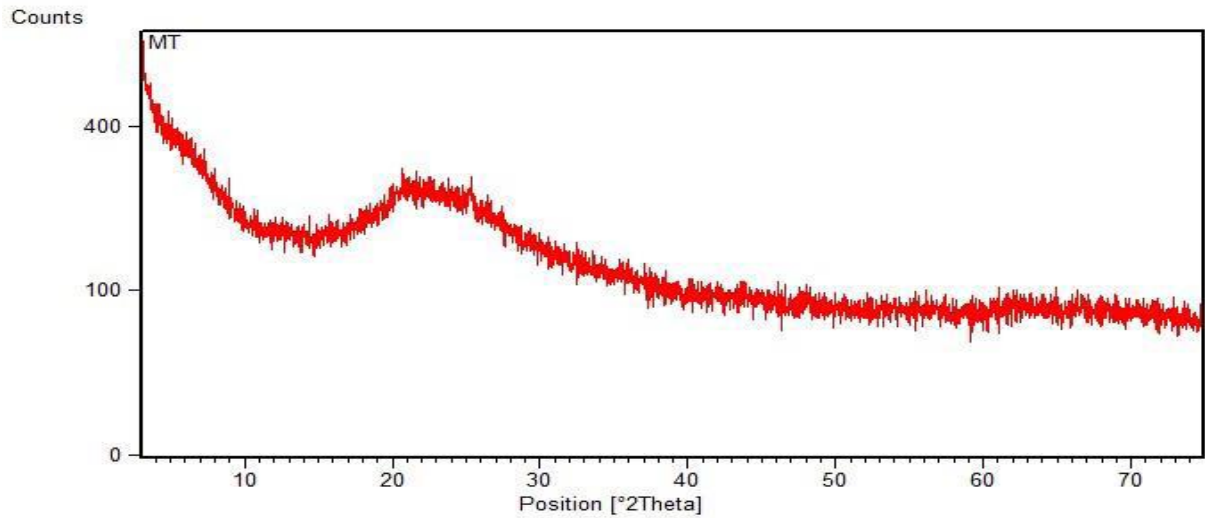
Figura 13 - Difratograma de Raios-X do caulim



Fonte: Silva, (2016)

Para produzir geopolímero, é de suma importância a presença da fase amorfa na matéria-prima, pois é nela que a energia é armazenada, energia essa que facilita a reticulação da estrutura geopolimérica. Os dados da análise de difração de raios-X (DRX) do metacaulim, calcinado a 600°C durante 4 horas, mostra que após a calcinação, o material apresenta predominância da estrutura amorfa (Figura 14).

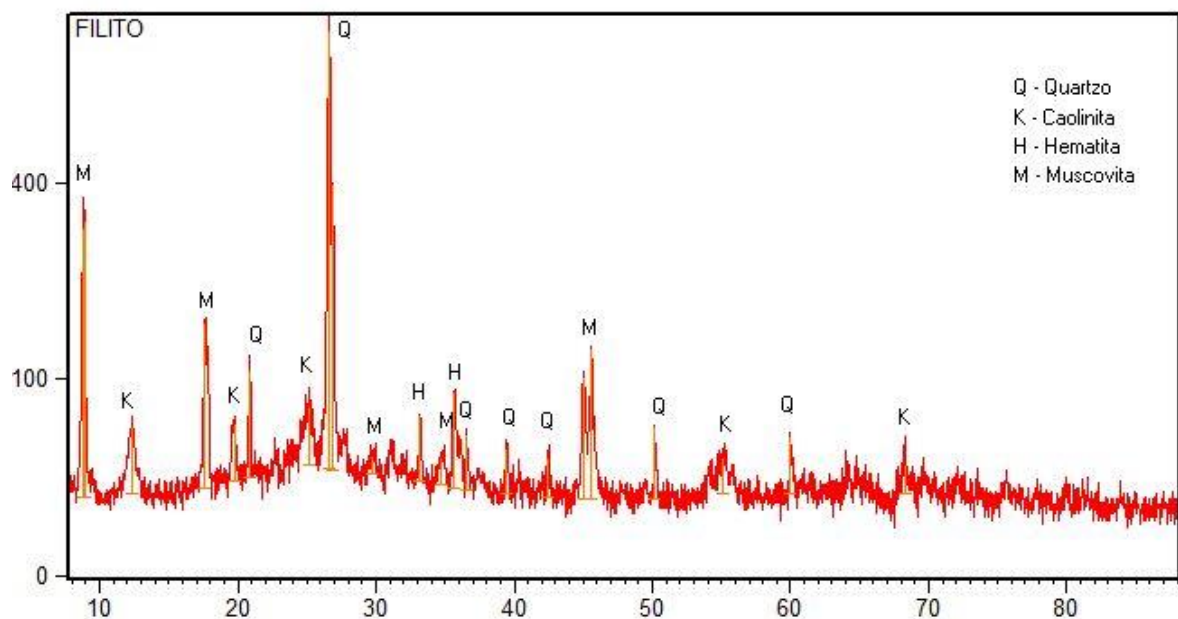
Figura 14 - Difratoograma de Raios-X do metacaulim



Fonte: Silva, (2016)

De acordo com a Figura 15, constata-se que, com a calcinação do filito os picos referentes à caulinita ficaram com baixa intensidade, apresentando também os minerais de hematita, quartzo e muscovita. Com essa análise é possível observar que o tratamento térmico não foi capaz de modificar totalmente a estrutura do filito, permanecendo as reflexões referentes às fases cristalinas não tornando o material amorfo por completo.

Figura 15 - Difratoograma de Raios-X do filito calcinado



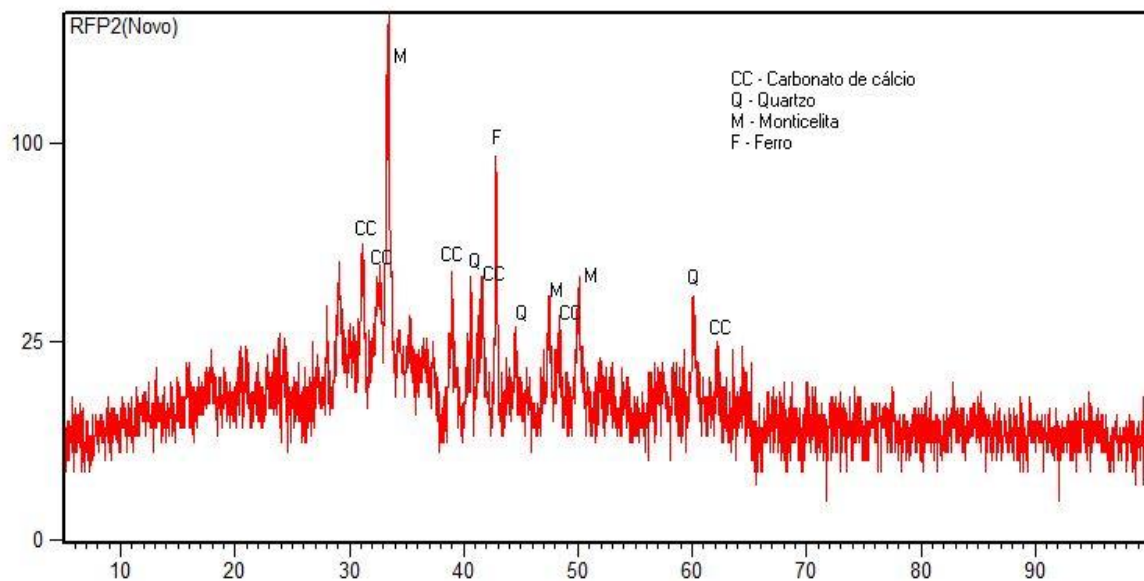
Fonte: Autor, (2017)

Conforme mostra a Figura 16, percebe-se que a estrutura da escória é predominantemente amorfa, havendo picos de baixa intensidade de alguns minerais como o Carbonato de cálcio (CaCO_3) e Quartzo (SiO_2), tendo como pico principal o mineral Monticelita (CaMgSiO_4) e ainda é encontrado a presença de ferro metálico.

Essa característica amorfa da escória, segundo Masuero, (2000), se deve ao resfriamento brusco da escória que impede a organização ordenada, em forma cristalina, dos íons presentes, ocorrendo então à solidificação de pequenos fragmentos de escória com estrutura vítrea. Escórias com capacidade aglomerante têm tal propriedade pelo fato da estrutura vítrea reter energia de cristalização e por consequência apresentar um nível de energia superior à estrutura cristalina.

O processo do forno panela consiste, basicamente, no acerto de composição química e temperatura do aço líquido que será enviado ao lingotamento contínuo para ser solidificado (ASTH, 2011). Devido esse processo, é encontrada quantidade significativa de ferro metálico nessa escória.

Figura 16 - Difratograma de Raios - X do Rejeito de forno panela



Fonte: Autor, (2017)

5.1.2 Caracterização química

A Tabela 4 mostra as composições químicas das matérias-primas (metacaulim, filito e rejeito de forno panela) determinadas pela espectroscopia de fluorescência de raios-X

Tabela 4 - Composições químicas das matérias primas

%óxidos	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MgO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	MnO
Metacaulim	51,54	34,92	0,54	0,37	----	----	----	0,06	----	----
Filito	55,95	21,67	9,30	0,86	1,13	0,15	0,08	5,05	----	----
R. F. P	28,85	4,57	12,1	0,40	11,85	----	----	0,09	38,63	2,32

Fonte: Autor (2017)

A análise química do metacaulim apresentou como componentes principais o SiO₂ (51,54 %) Al₂O₃ (34,92%) e o Fe₂O₃ (0,54%), o resultado da análise química desse material mostra uma típica composição do caulim, uma vez que o aquecimento deste componente a 600°C não altera a composição dos óxidos e sim a formação de fases amorfas a partir de fases cristalinas de aluminossilicatos (MOURA, 2014).

O filito também apresentou um alto teor de SiO₂ (55,95%) Al₂O₃(21,67%) e Fe₂O₃(9,30%), além de TiO₂ (0,86%), K₂O (5,05%) e MgO(1,13%). Em geral, os filitos brasileiros possuem maior quantidade de óxido de silício e menores quantidades de óxido de alumínio. É raro encontrar valores maiores que 3% de óxido de sódio, óxido de magnésio e óxido de titânio nesses materiais (MELO, 2011).

A análise química da escória, (rejeito de forno panela - RFP) apresentou SiO₂ (28,85%), Al₂O₃(4,57%), Fe₂O₃(12,1%), TiO₂(0,40%), MgO (11,85%) e é evidenciado o alto teor de CaO (38,63%).

A partir destes resultados determinou-se a razão molar de SiO₂/ Al₂O₃ das três formulações geopoliméricas. As razões foram de 3,7 3,8 e 3,8 para as formulações FI, FII e FIII respectivamente. A literatura indica razões molares ideais para a produção de geopolímero com variação de 3,0 a 5,5 (DAVIDOVITS, 1982)-

5.2 CARACTERIZAÇÃO DO GEOPOLÍMERO

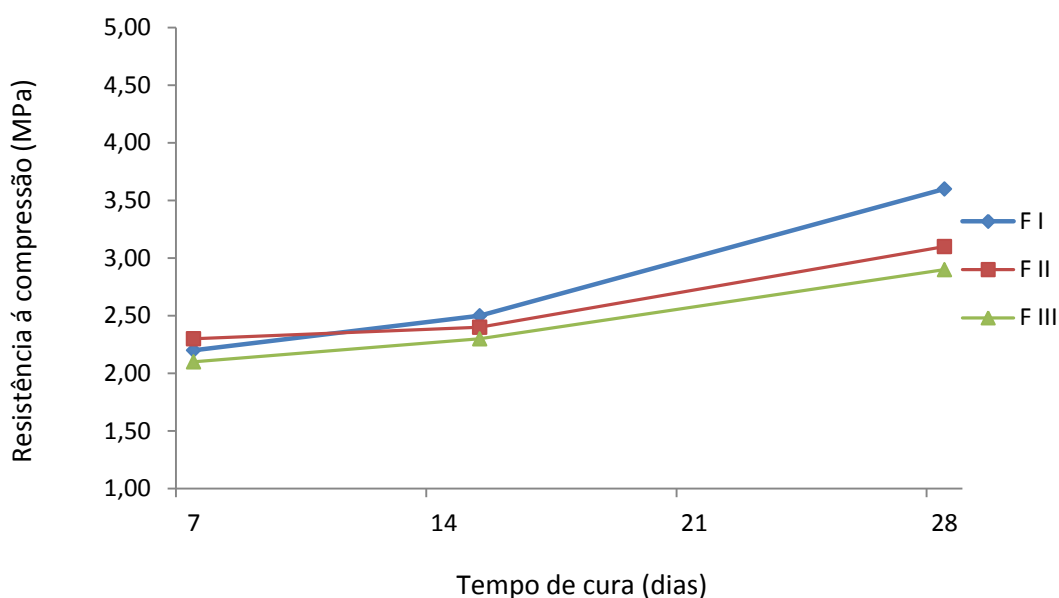
5.2.1 Resistência Mecânica

A resistência mecânica à compressão fornece uma visão geral sobre a qualidade do material e pode servir como um parâmetro para avaliar o grau de polimerização, uma vez que quanto mais polimerizada estiver a estrutura, maior será a resistência. Alguns fatores podem afetar o desempenho mecânico dos materiais geopoliméricos, entre os quais: a distribuição do tamanho das partículas, a proporção de dissolução da fase gel, a natureza amorfa da matéria

prima sólida, o grau de cristalinidade, o teor percentual de cálcio na matéria prima, a relação de dissolução entre Si/Al, a concentração do ativador, entre outros (SANTA, 2012).

A Figura 17 apresenta os valores de resistência à compressão das amostras rompidas nas idades de 7, 15 e 28 dias, curadas a 50 °C. Os valores das resistências à compressão são representados por meio do valor médio obtido para dois corpos de prova cilíndricos de 2,5 cm de diâmetro por 5 cm de altura

Figura 17 - Resistência à compressão das amostras geopoliméricas curadas por 7, 15 e 28 dias



Fonte: Autor, (2017)

Como se pode observar na Figura 17, nos primeiros dias de cura, as resistências para as três formulações foram muito parecidas, tanto as de 7 dias quanto as de 15 dias de cura. Até 7 dias obtiveram resistências de 2,2MPa, 2,3MPa e 2,1MPa para as FI, FII e FIII respectivamente. Em 15 dias houve pouca alteração com FI igual a 2,5MPa, FII a 2,4MPa e FIII com 2,3MPa.

Em 28 dias de cura, houve um aumento nas resistências à compressão, como pode ser observada no gráfico, a formulação FII obteve resistência de 3,10 MPa, enquanto a FIII obteve apenas 2,9 MPa. Dentre as três formulações, a que obteve maior resistência nos últimos dias de cura foi a FI com 3,6 MPa.

Portanto, segundo a Figura 17 pode-se afirmar que, quanto maior o tempo de cura dos geopolímeros maior a resistência à compressão, e que FIII foi a que obteve a menor resistência mecânica em 28 dias. Vale ressaltar que a formulação FI de maior resistência, conforme a Tabela 2 contém cerca de 30% de metacaulim, 60% de filito e 10% de rejeito de forno panela.

Na literatura constam resultados de resistência à compressão dos materiais geopoliméricos com resistências superiores as adquiridas nesta pesquisa, porém, segundo Santa, (2012) altas resistências são adquiridas em argamassas e concreto geopolimérico, enquanto que para pastas geopoliméricas a resistência mecânica é significativamente menor.

Silva e Pereira (2014), ainda afirmam que a concentração da solução de NaOH influencia diretamente na velocidade de ganho de resistência, uma vez que afeta a taxa e a quantidade de dissolução da escória. Eles utilizaram para a produção do geopolímero, escória, metasilicato de sódio, solução de hidróxido de sódio na concentração (6, 8 e 10 M) e água destilada. Onde obteve maior resistência de 3,54 MPa em 7 dias de cura usando o NaOH a 6M.

Melo Neto (2002), na sua pesquisa, utilizou escória de alto forno e obteve resistência à compressão acima de 20 MPa aos 28 dias para ativação com hidróxido de sódio (5% Na₂O), e utilizando o mesmo material ativado com hidróxido de sódio e silicato de sódio (4,5% Na₂O + 7,65% SiO₂) chegou à resistência à compressão superior a 80 MPa aos 28 dias.

Silva, (2016) alcançou resistência à compressão de 40,82 MPa em 28 dias de cura, utilizando geopolímero produzidos a base de metacaulim e filito com adição de fibras vegetais e ativador de NaOH com concentração de 10 M.

Moura, (2014) obteve resistência à compressão de até 25 MPa em 28 dias de cura para geopolímeros produzidos a partir de cinza de olaria, refratário dolomítico *post-mortem* e metacaulim, utilizando como ativador o hidróxido de sódio a 14M.

Geo-Pol, (2001) disse que foi produzido geopolímero com solução de silicato de potássio, escória, água e *fly ash*, ao qual obteve resistência à compressão na faixa de 70-100 MPa.

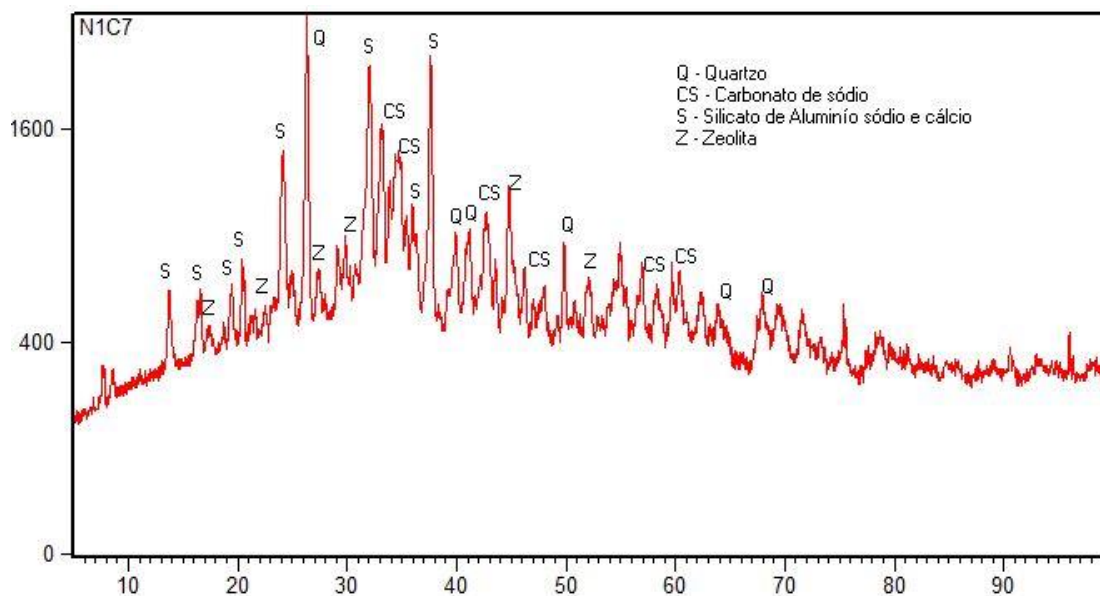
Para cimento Portland comum, as especificações exigem, aos três dias de idade resistência mínima de 8 MPa. Aos sete dias, 15 MPa e, aos vinte e oito dias, 25 MPa (NBR 7215).

5.2.2 Análise mineralógica

Os geopolímeros são caracterizados pelo halo amorfo (MELO, 2011). Segundo Barbosa *et.al.* (2000), em amostras de geopolímero independente dos resultados das propriedades mecânicas, a estrutura é predominantemente amorfa, e consiste de um poliedro desenvolvido aleatoriamente de Si e Al, com ausência de periodicidade atômica.

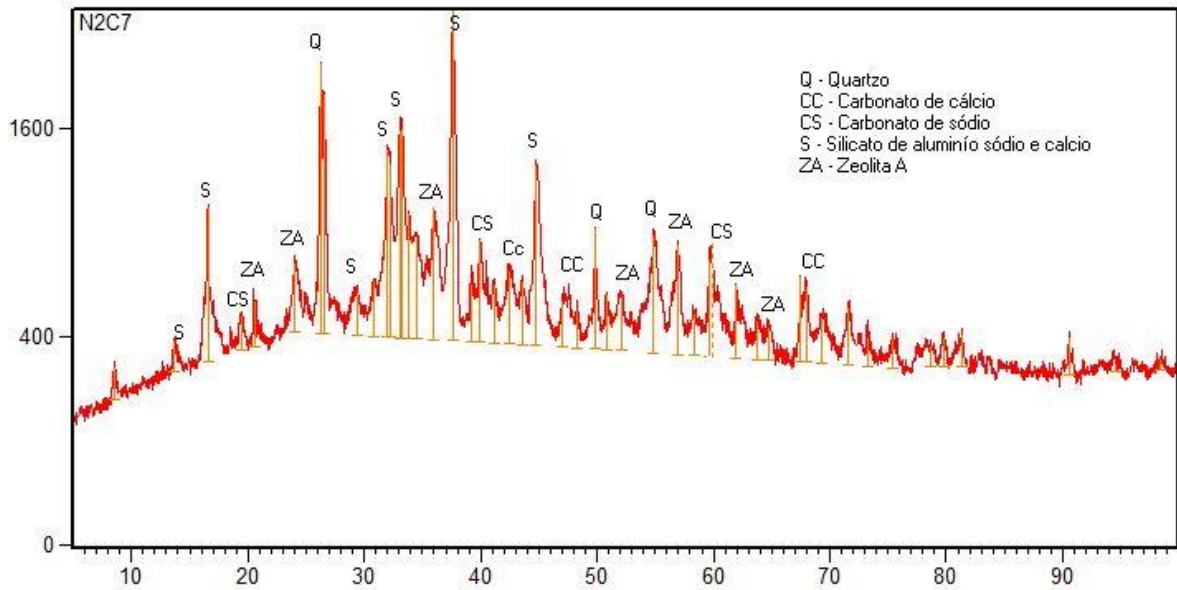
Nas Figuras 18, 19 e 20 são apresentados os difratogramas de difração de raios-X dos geopolímeros obtidos. As análises foram feitas nas amostras de geopolímero produzidos e curados por 28 dias em estufa a 50 °C. Pode-se constatar nas amostras geopoliméricas um caráter predominantemente amorfo, com picos de cristalinidade nas três formulações.

Figura 18 - Difratograma de raios-X da Formulação I com 10% RFP



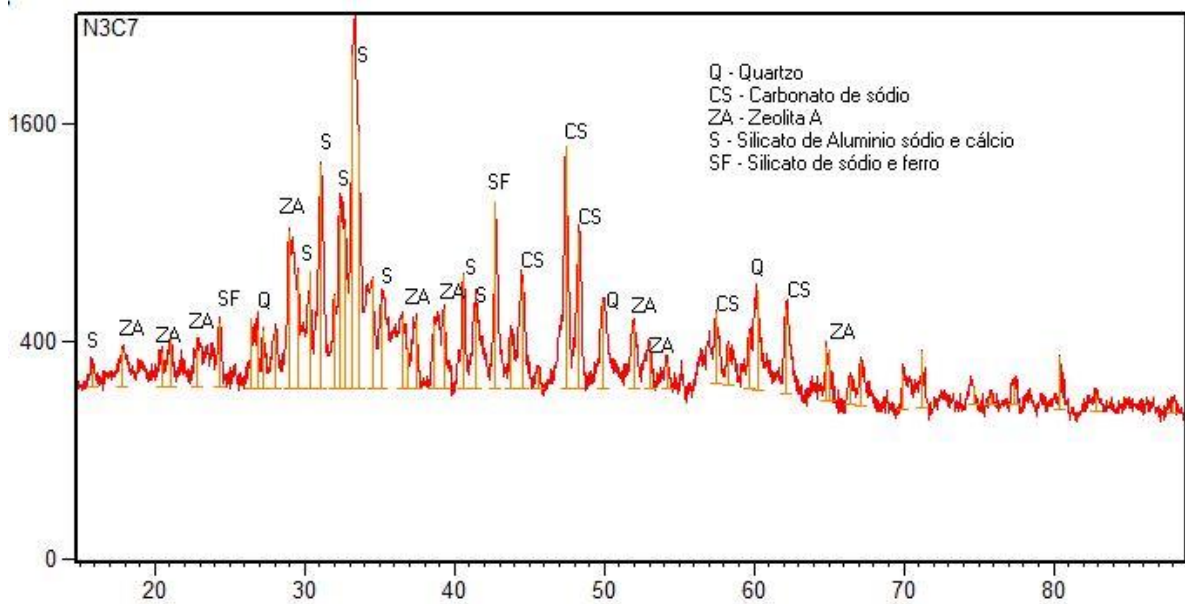
Fonte: Autor, (2017)

Figura 19 - Difratoograma de raios-X da Formulação FII com 20% RFP



Fonte: Autor, (2017)

Figura 20 - Difratoograma de raios-X da Formulação FIII com 30% RFP



Fonte: Autor, (2017)

Os difratogramas das Figuras 18, 19 e 20 mostram os difratogramas das amostras geopoliméricas. Para todas as amostras analisadas, foram verificados picos característicos de quartzo (SiO_2), entretanto na Figura 19, formulação FIII com 30% RFP, o pico aparece com baixa intensidade. O quartzo está presente no material precursor, de acordo com a composição química dos mesmos. Portanto não é produto de síntese.

Verifica-se também nas três amostras a presença de carbonato de sódio (Na_2CO_3), que pode ser justificado pela ocorrência de efluorescência, conhecido como carbonatação, o mesmo é um sólido hidrocópico que facilmente absorve dióxido de carbono do ar, fazendo com que o material seja todo recoberto por uma massa branca (BITENCOURT, 2012). Constata-se a presença de formação de zeólitas nas três formulações. Na FII (Figura 19) e FIII (Figura 20) ela é encontrada na forma de zeólita A [$\text{Na}_{12}(\text{Al})_{12}(\text{SiO}_2)_{12}$] enquanto que na FI (Figura 18) foi encontrada na forma de zeólita syn [$\text{Na}_{88}\text{Al}_{88}\text{SiO}_4\text{O}_{384}(\text{H}_2\text{O})_{220}$]. Alguns estudos constataram a presença de zeólitas com utilização de varias técnicas em sistemas geopoliméricos, indicando a existência de uma relação entre as zeólitas e os geopolímeros. Zeólitas do tipo A, X e Y foram observadas em geopolímeros com razão de Si/Al por volta de 2,5 (ROWLES, 2004).

Na formulação FII é mostrado a presença de carbonato de cálcio (CaCO_3) e nas FI e FIII o cálcio está ligado a estrutura do aluminossilicato de sódio e cálcio, segundo a Tabela 4, há um alto teor de CaO (38,63%) na escória utilizada. Nas três análises, a fase de aluminossilicato de sódio e cálcio é uma das majoritárias e segundo a literatura, ela ocorre com frequência nos geopolímeros. Tal fase surgiu provavelmente devido ao elevado teor de óxido de silício, óxido de alumínio e de cálcio além da presença do sódio devido à alta molaridade do ativador. A FIII, ainda apresentou silicato de sódio e ferro [$\text{NaFe}(\text{SiO}_3)_2$], provavelmente devido a maior proporção do RFP 30%. Através das análises realizadas no difratograma, foi possível observar a formação de aluminossilicatos, estrutura desejada para a geopolimerização.

5.2.3 Análise Microestrutural

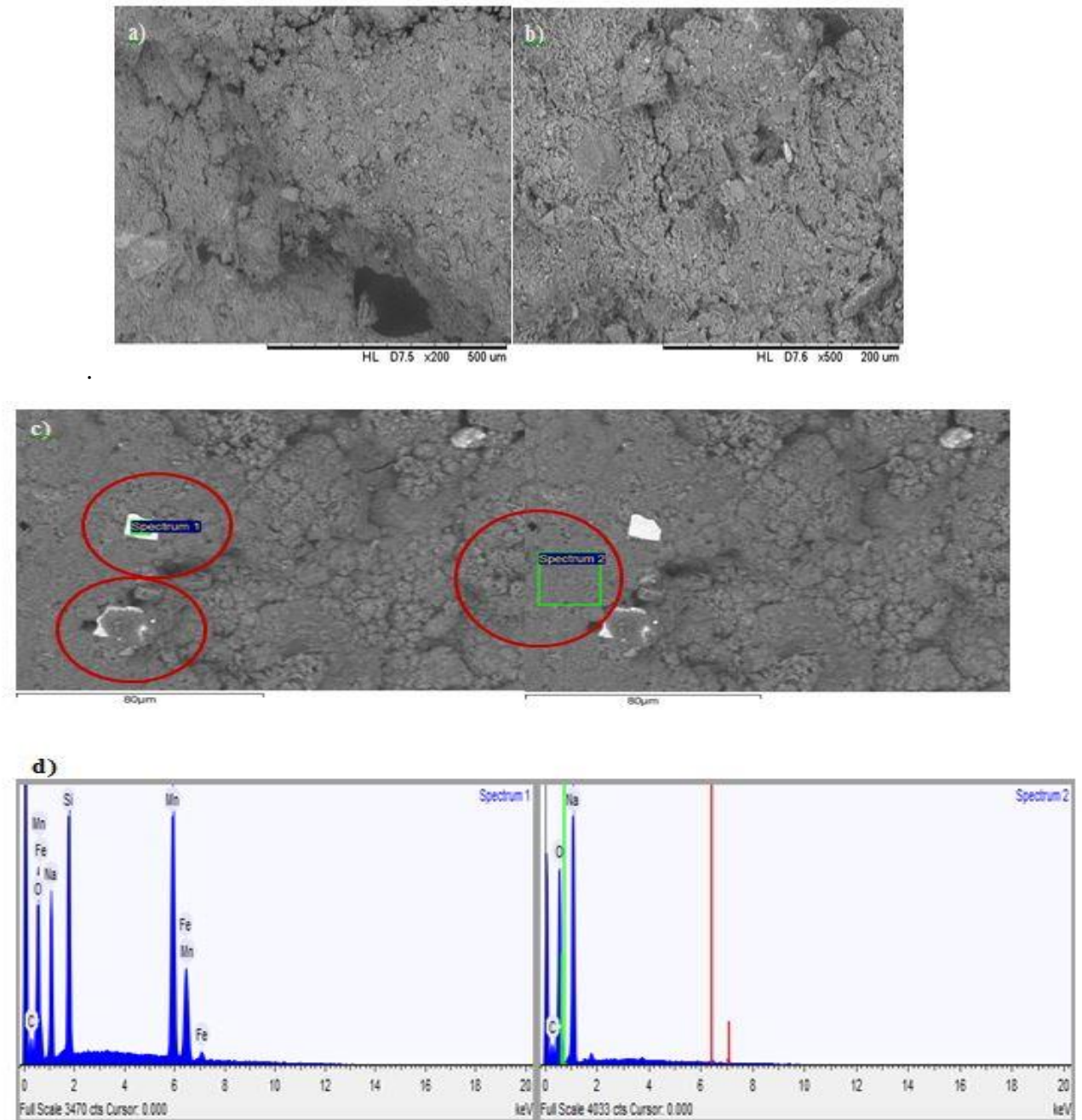
Existem poucas investigações sobre o surgimento das diferentes microestruturas dos geopolímeros, devido principalmente às complexidades envolvidas nas análises dos geopolímeros com fontes de aluminossilicato altamente heterogênea (MELO, 2011).

As técnicas de microscopia fornecem uma descrição visual da microestrutura, pois com o aumento do tamanho físico é possível visualizar regiões detalhadas do resultado do processo da geopolimerização.

As Figuras 21, 22 e 23 apresentam as microestruturas referentes à fratura das Formulações FI; FII e FIII, respectivamente, dos geopolímeros obtidos com 28 dias de cura.

As microestruturas obtidas no MEV com aumento de 200 vezes (a) e 500 vezes em (b) análise da superfície da amostra (c) e espectro através do EDS (d).

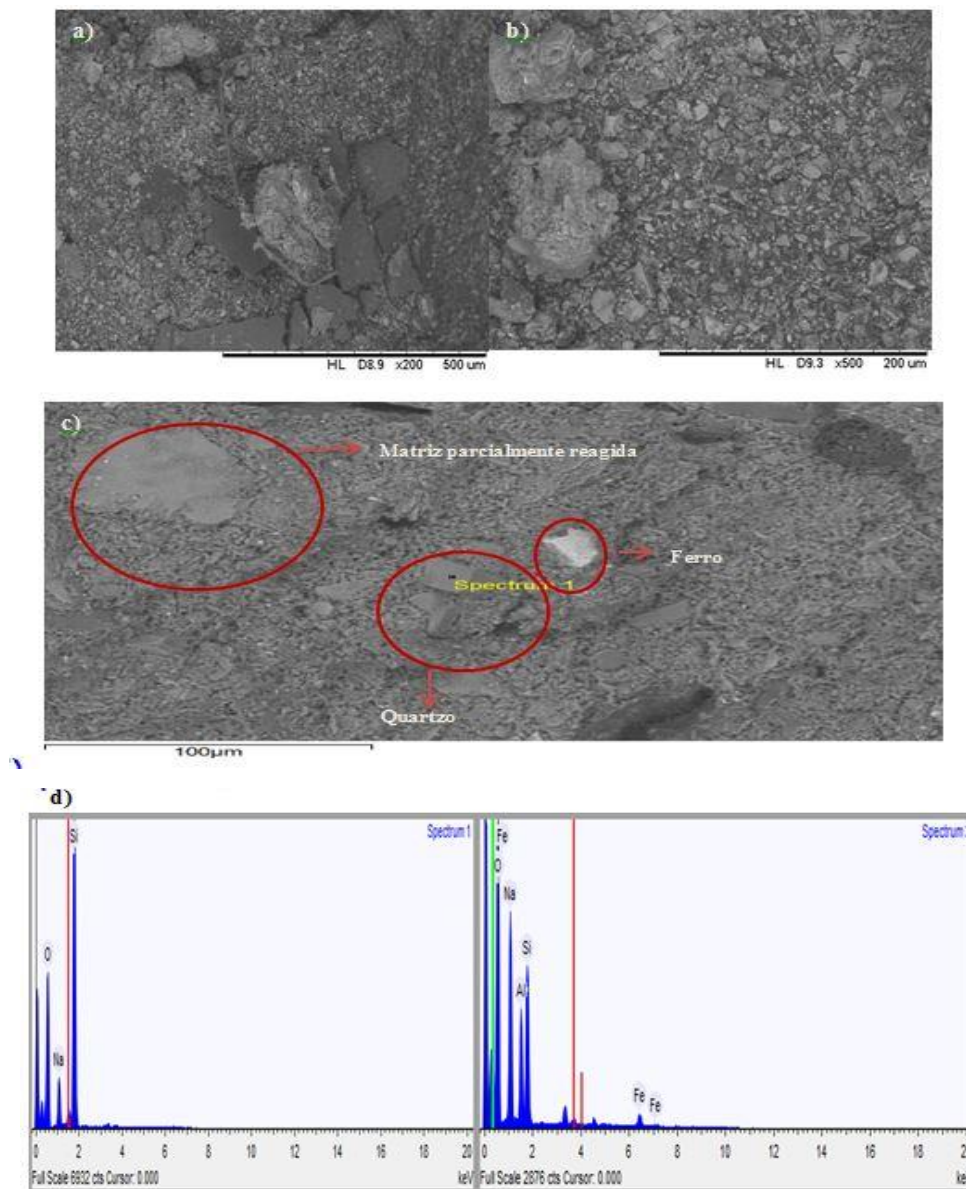
Figura 21 - Micrografia obtidas no MEV da Formulação FI (a) 200x; (b) 500x; (c) superfície da amostra (d) espectro do EDS



Fonte: Autor, (2017)

As imagens obtidas do geopolímero FI (Figura 21) mostra a estrutura mais homogênea dentre as três formulações, com uma menor proporção de partículas não reagidas ou parcialmente reagidas, além de apresentar uma menor quantidade de poros. Na imagem (c) foi feita análise qualitativa por EDS, nele mostra uma partícula não reagida na matriz, constituído principalmente de manganês, provavelmente proveniente do RFP. Dentre as três formulações, a FI foi a que obteve maior resistência à compressão, de acordo a Figura 17 em torno de 3,6 MPa

Figura 22 - Micrografia obtidas em MEV da formulação FII (a) 200 x (b) 500 x (c) superfície da amostra (d) espectro do EDS

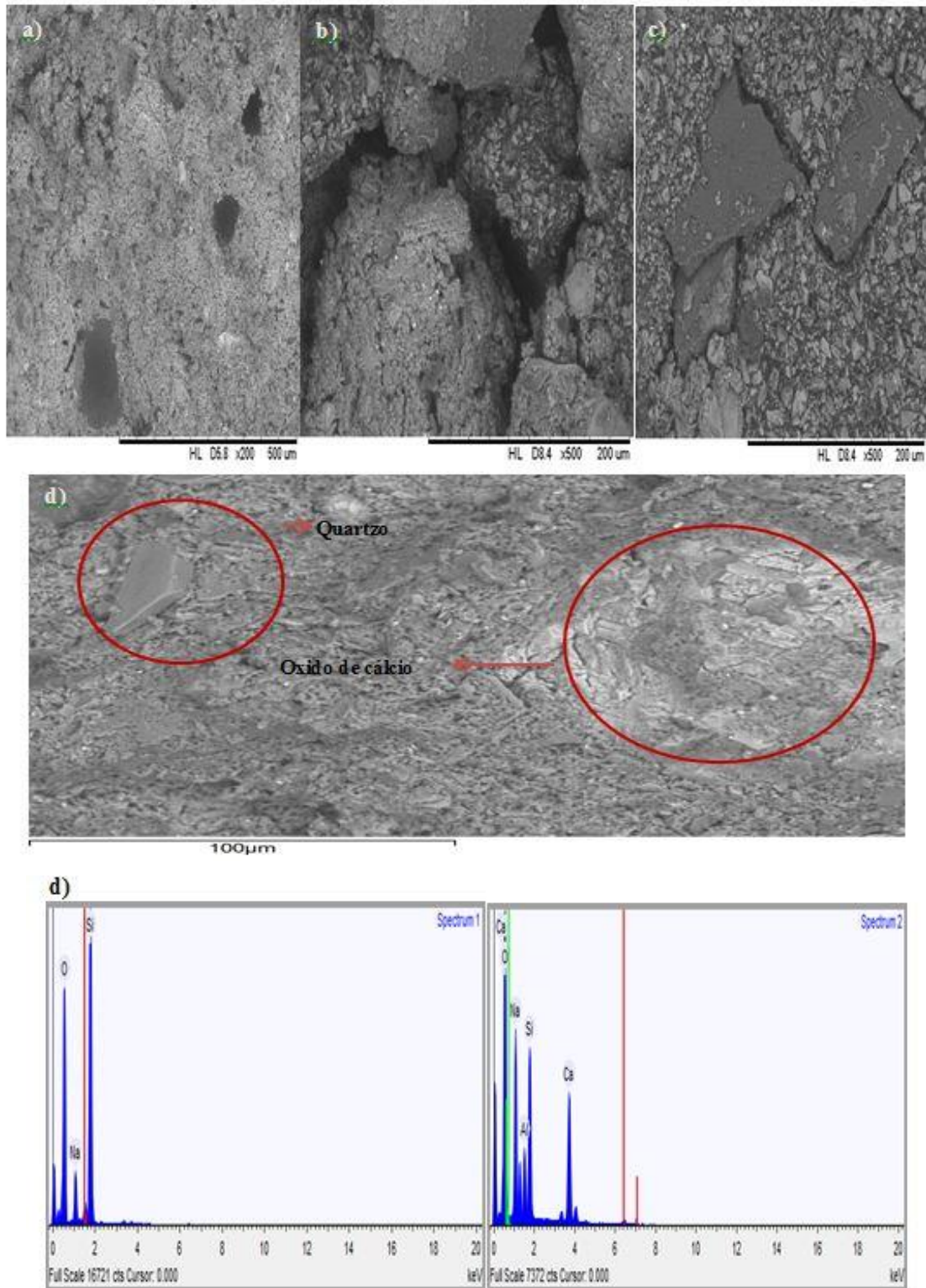


Fonte: Autor, (2017)

A Figura 22 é referente à formulação FII com 20 % de RFP, onde é possível observar a estrutura da matriz menos compacta, heterogênea e porosa, o que reflete em sua resistência. Isso é devido às diversas partículas não reagidas ou parcialmente reagidas. Essas partículas podem ser observadas na Figura 22(a) e 22(b). Com o auxílio do EDS é destacada as partículas, informando que as mesmas são de quartzo e de ferro, confirmando ser uma matriz heterogênea de baixa interação e coesão.

Alguns fatores são de extrema importância para que possa ocorrer uma elevada reação de geopolimerização. Dentre estes se destaca a água em excesso ou em falta, que influencia nas propriedades da pasta geopolimérica. A água é um fator importante na geopolimerização, a qual é necessária como meio de reação de modo que o aluminossilicato dissolve-se por hidrólise alcalina. Além de que a presença de matérias primas não reagidas pode estar associada à baixa reatividade da própria matéria prima e/ou à ativação alcalina inadequada do material (LIU, 2016).

Figura 23 - Micrografia obtida em MEV da Formulação FIII (a) 200 x (b) e (c) 500 x (d) superfície da amostra e (e) espectro do EDS



Fonte: Autor, (2017)

Na Figura 23, referente à micrografia do geopolímero FIII com 30% RFP, observa-se diversas regiões com vazios. Os poros precisam ser controlados, pois, é através deles que a

água penetra na estrutura, e a entrada dela, seja por capilaridade ou adsorção pode ser prejudicial para durabilidade do material (OLIVIA, 2008). Eles também agem como concentradores de tensões e propagadores de trincas, que podem fragilizar a estrutura.

Na Figura 23(b), mostra nitidamente a baixa coesão na estrutura, é possível que isso tenha ocorrido devido uma reação geopolimérica ineficiente, com a segregação das matérias primas não dissolvidas, como pode ser visto na Figura 23 (c). Outro ponto a destacar é que, através do EDS foi possível perceber que as amostras das três formulações encontravam-se com alto teor de sódio, no que deveria ser a matriz geopolimérica, o que ocasionou a formação de fluorescência nas mesmas. Esse alto teor de sódio é devido à alta concentração do ativador utilizado.

Segundo Silva, (2014) a resistência de materiais geopoliméricos de escória álcali ativada com hidróxido de sódio. A concentração da solução de NaOH influencia diretamente na velocidade de ganho de resistência, uma vez que afeta a taxa e a quantidade de dissolução da escória. Como pode ser observado através das Figuras 21, 22 e 23, houve uma grande quantidade de material não reagido ou parcialmente reagido na matriz, o que pode ter influenciado diretamente na resistência à compressão do material produzido.

A região em destaque, da Figura 23(d), mostra uma região da matriz mais clara, ao qual o EDS identificou como sendo óxido de cálcio não reagido. Como a FIII é a que possui maior teor de RFP, e a mesma é rica em CaO (36,63%) é possível que esse material não reagido seja proveniente do RFP principalmente.

Através das análises de DRX, MEV e EDS pode-se verificar a formação da pasta geopolimérica e constatar as possíveis causas das resistências à compressão terem sido inferior a 3,6 MPa.

6 CONCLUSÕES

O presente trabalho propôs a formulação de uma pasta geopolimérica, visando retirar resíduos sólidos do ambiente e assim contribuir para redução do consumo de matérias-primas não renováveis. Além disso, foram produzidos com baixa emissão de CO₂, quando comparados com cimentos convencionais.

Os materiais utilizados foram escolhidos baseados em suas composições químicas, critério de suma importância para a síntese de geopolímeros. Pode se concluir, portanto, através das amostras sintetizadas e analisadas, que as matérias-primas filito, rejeito de forno panela e metacaulim, estar aptos a sofrer ativação alcalina, entretanto poderia ter sido utilizado um ativador de menor molaridade, visto que na literatura é observado que para geopolímeros produzidos com escórias, as melhores resistências mecânicas foram as que utilizaram ativadores de menor concentração de hidróxido de sódio, ao qual ocorreu uma maior dissolução das matérias primas para formação da matriz geopolimérica.

Nos geopolímeros produzidos neste trabalho, foi constatado através do MEV e EDS, que em todas as formulações existem partículas não reagidas ou parcialmente reagidas na matriz, além de uma quantidade de sódio relativamente grande, o que pode ter ocasionado possivelmente uma saturação desse componente no geopolímero, dificultando no processo de cura e interferido na resistência a compressão.

Houve um aumento na resistência mecânica aos 28 dias com a formulação de menor percentagem de rejeito de forno panela.

Constatando assim, que o geopolímero produzido neste trabalho é inviável para aplicação estrutural, podendo ser utilizado em outras aplicações como adsorventes, por exemplo, ao qual não é exigida alta resistência mecânica.

Entretanto foram alcançados os objetivos propostos no trabalho, com relação à caracterização das matérias-primas através das análises de FRX e DRX, além do estudo do comportamento mecânico, e análises mineralógicas e microestrutural do geopolímeros produzidos com rejeito de forno panela.

REFERÊNCIAS

- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7215 Cimento Portland-Determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro. 1996.
- AGOPYAN, V.; JOHN, V.M. Durability evaluation on vegetable fibre reinforced materials. **Building Research and Information**, v. 20, n.4, 1992 p.233-235.
- AÏTCIN, P. Cements of yesterday and today – Concrete of tomorrow. In: *Cement na Concrete Research*. Canadá, 2000.
- BARROSO, M. D. D. B. **Desenvolvimento de compósitos com matriz de geopolímeros reforçados com partículas de quasicristais AlCuFe**. João Pessoa, PB 2009.. Tese (Doutorado) - Programa de Pós - Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal da Paraíba, 2009.
- BIGNO, I. C. **Geopolímeros à base de resíduos agrícolas e groindustriais**. Rio de Janeiro 2008. 280 p. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, 2008.
- BITENCOURT, C. S. et al. **A geopolimerização como técnica para a aplicação do resíduo de bauxita**, São Paulo, v. 58, n. 345, Mar. 2012.
- BUCHWALD, A., ZELLMANN, H. D., KAPS, C. **Condensation of aluminosilicate gels – model system for geopolymer binders**, *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 357, p. 1376-1382, 2011.
- CASTALDELLI, V. N. **Estudo de geopolímeros utilizando cinzas residuais do bagaço de cana-de-açúcar**. 2013. 89 p. Tese (Mestrado) - Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira,SP, 2013.
- CARDOSO, M. D. **Reciclagem de escória de forno panela de aciaria elétrica em material cerâmico**. 2009. 179 p. Dissertação de mestrado. UNISINOS. São Leopoldo, 2009

CINCOTTO, M.A.; JOHN, V.M. Cimento alternativo à base de escória de alto-forno. **Construção São Paulo**, nº2204, Mai. 1990. (Encarte Tecnologia de Edificações nº9).

COSTA, Botelho. **Estudo e classificação das rochas por exame macroscópico**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1969. 160 p.

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

DANTAS SILVA, K. **Obtenção de geopolímero a partir de filito e caulim reforçado com fibras naturais da Amazônia**. 2016. 53 p. Trabalho de conclusão de curso - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Marabá, PA, 2016.

DAVIDOVITS, Joseph. **Geopolymer Chemistry and Properties**. In: Geopolymer '88 – First European Conference on Soft Mineralurgy. Compiègne, França. V. 1, p. 25-48, 1988.

DAVIDOVITS, J.– **Properties of geopolymer cements, Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes**, V. 1, SRIBM, Kiev, Ukraine, p. 131-149, 1994.

DAVIDOVITS, J. Environmentally Driven. **Geopolymer Cement Applications**, Australia, p. 1-9, Out. 2002.

DUXSON, P. *et al.* **Study of structural ordering in aluminosilicate geopolymer gels**. *Langmuir*, vol.21, p.3028-3036, 2005.

EHRENBERG, A.; GEISLER, J **Carbon dioxide emissions with cement production. In: Iron and steel slags – properties and utilization**. Duisburg: 2000. Pl. 281 – 292. Artigo apresentado no International Symposium on the Utilization of Metallurgical Slag – ISUS'99, 1999, Beijing, China.

GARZÓN, E., SÁNCHEZ-SOTO, P.J., ROMERO, C. **Physical and geotechnical properties of clay phyllites**. *Applied Clay Science*, v. 48, n. 3, p. 307-318, 2010.

GARZÓN, E. . et al. **Phyllites used as waterproofing layer materials for greenhouses crops in Spain: multivariate statistical analysis applied to their classification based on x-ray fluorescence analysis.** *X-ray Spectrometry*, v. 38, p. 429-438, 2009.

GEO-POL. Origem do cimento geopolimérico. **Geo - Pol, Cimento Geopolimérico**, 2000. Disponível em: <<http://www.geopolimero.com.br/default.asp?area=01>>. Acesso em: 09 junho 2016.

GEO-POL. Cimento geopolimérico. **Geo – Pol, Aplicação de geopolímero à base de cálcio com escória de alto-forno, uma revisão**, 2001. Disponível em: <http://www.geopolymer.com.br>. Acesso em 20 de janeiro de 2017.

GRAFFITTI, D. F. **Avaliação do Teor de Cal Livre em Escória de Aciaria Elétrica**. 2002. 114 p. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2002.

GRANIZO, M. L. **Activación Alcalina de Metacaolin: Desarrollo de Nuevos Materiales Cementantes**. 1988. Tese de Doutorado, Universidade Autónoma de Madrid, Madrid, Espanha, 1988.

JOHN, V.M. **Cimentos de escória ativada com silicatos de sódio**. São Paulo. 1995 (Tese de Doutorado). EP USP, 1995.

INSTITUTO BRASILEIRO DE SIDERURGIA. Rio de Janeiro, 2007. Disponível em <http://www.ibs.org.br>. Acesso em 15 de junho 2016.

LUZ, A.B., LINS, F.A.F. **Rochas e minerais industriais: usos e especificações**. 2.ed. Rio de Janeiro: CETEM-MCT, 2008. 987 p.

LI, C. ; SUN, H.; LI, L. **A review: The comparison between alkali-activated slag (Si+Ca) and metakaolin (Si+Al) cements**, *Cem. Conc. Res.*, vol. 40 ,p.1341–1349, 2010.

LIVI, C. N. **Desenvolvimento de pasta de geopolímeros a base de cinza volante e hidróxido de sódio**. 2013. 193 p. Dissertação (Mestrado)- Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2013.

MAUSERO, A. B. **Estabilização das escórias de aciaria elétrica com vista a sua utilização como substituição ao cimento**. 2001. 267 p. Tese (Doutorado em Engenharia). – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

MASSUCATO, C. J. **Utilização de escória de alto-forno a carvão vegetal como adição no concreto**. Carlos José Massucato. Dissertação (Mestrado) – Campinas, SP: [s.n.], 2005.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas com cimento Portland e hidróxido de cálcio**. 2011. 134 p. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil, São Paulo, SP, 2011.

MELO, L. G. A. **Síntese e caracterização de geopolímeros contendo filitos**. 185 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, 2011.

MELO NETO, A. A. **Estudo da retração em argamassa com cimento de escória Ativada**. 2002. 161 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica. Universidade de São Paulo, São Paulo.

MENDONÇA, R.; RODRIGUES, G. Uso adequado da escória de aciaria – parte 1. **Siderurgia Brasil**, n. 47, p. 3, Outubro 2008.

MINISTERIO DE MINA E ENERGIA – MME. **Relatorio técnico 39 – Perfil do Caulim**. Disponível:<http://www.mme.gov.br/documents/5/1256650/P28_RT39_Perfil_do_Caulim.pdf/c122682a-3c84-40e8-b7f4-e18894f3d42 >Acesso em 15 de janeiro de 2017.

MOURA, J. S. **Desenvolvimento de geopolímero a partir de cinza de olaria, refratário dolomítico post-mortem e metacaulim**. 2014. 57 p. Trabalho de conclusão de curso- Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Marabá, 2014.

MURPHY, J. N.; MAADOWCROFT, T. R. e BARR, P. V. Enhancement of the cementitious properties of steelmaking slag. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 1997, v. 36, n.5, p. 315 – 331.

NITA, C. **Utilização de Pozolanas em Compósitos de Cimento Reforçados com Fibra de Celulose e PVA**. 2006. 128p. Dissertação (Mestrado) Mestrado da Escola Politécnica de São Paulo, São Paulo, SP, 2006.

OLIVIA, M.; SARKER, P.; NIKRAZ, H. **Water Penetrability of Low Calcium Fly Ash Geopolymer Concrete**. Conference on Constitution and Building Technol International, Australia, 2008. 14.

OLIVEIRA, C.T.A. **Água do poro de pastas endurecidas de cimento de escória**. São Paulo, Escola Politécnica da USP, Tese de Doutorado. 2000.

OSÓRIO, P. D. L. **Concepção de um saferoom anti-tornado em betão geopolimérico**. 2006. 228 p. Dissertação Mestrado em Engenharia Civil - Opção de Materiais e Reabilitação da Construção. Universidade de Minho, Portugal, 2006.

PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. **Alkali-Activated fly ashes: a cement for the future**. *Cement and concrete research*, v. 29; p. 1323 -1329, 1999.

PEREIRA, D. S. T.; SILVA, F. J.; THAUMATURGO, F. J. **Concreto de Cimento Geopolimérico Reforçado com Fibras de Aço**. Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Blumenau, 2006. 12.

PINTO, A. T. **Sistemas iigantes obtidos por activação alcalina**. 2004. 456 p. Tese (Doutorado) - Universidade do Minho, Escola de Engenharia Portugal, Minho, Portugal, 2004.

PINTO, A. T. Geo-Pol. **Introdução ao estudo dos geopolímeros**. Apostila, Vila Real, p. 92, 2006.

RAMOS, F. M.; POLISSENI, A. E.; FREESZ, J. W. S. Gestão ambiental da escória de aciaria. **Portal Metálica**, 1988. Disponível em: <www.metalica.com.br/gestao-ambiental-da-escoria-de-aciaria>. Acesso em: 25 janeiro 2017.

RANGAN, B. V. Geopolymer concrete for environmental protection. **The Indian Concrete Journal**, Perth, Austrália, v. 88, p. 41-59, Abril 2014.

RIBEIRO, A. P. et al. Caracterização físico-química de filitos brancos da região de Itapeva, SP. **Congresso Brasileiro de Cerâmicas**, São Pedro, 31 Maio 2000. 1-13.

ROSA, M. A. **Caracterização da incorporação da Escória de Aço Inoxidável em Materiais Cerâmicos quanto a imobilização de Cromo**. Tese de Mestrado, PPGEM, UFRGS, Porto Alegre, 2001, pp. 129.

SANTA, R. A. A. B. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel**. 2012. 135 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Química – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2012.

SANTOS, L. L. **Adição de argamassas da lenha de Algaroba (*Prosopis juliflora*) em massa cerâmica para revestimento**. 2014. 154 p. Dissertação (Mestrado)- Curso de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2014.

SEVERO, C. G. S. *et al.* **Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos. v 8.2, p. 55-67. 2013.

SOARES, J.C. **Aço-Concreto Geopolímero: Correlação entre tensão de aderência e comprimento de ancoragem**. Campos dos Goytacazes-RJ, 2006. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, 99 p. 2006.

SHVARZMAN, E. A. **The effect of delhydroxylato/amorphization degree im pozzlanic activy of kaolinite.** Cement and Concrete Research, v. 33, p. 405-416, 2003.

TORGAL, F.P.; CASTRO-GOMES, J.P JALI, S. **Cimento Portland Normal Versus Ligantes Geopolímeros: Considerações Econômicas Sobre as Implicações do Mercado do Carbono no custo dos Betões.** Instituto Politécnico de Castelo Branco, Portugal, 2005.

TORGAL, F. P. ; JALALI, S. **Ligantes Geopolímericos. Uma alternativa ao Cimento Portland.** Revista Ingenium, Portugal, p.66-68, Nov/dez. 2009.

VALERA, T. S.; RIBEIRO, A. P.; VALENZUELA DAIZ, F. R. **The effect of phyllite as a filler for PVC plastisols.** Annual Technical Conference Society of Plastics Engineers, v. 60, n. 3, p. 429-438, 2002.

VASSALO, E. A. S. **Obtenção de geopolímero a partir de metacaulim ativado.** 2013. 104 p. p. Dissertação (Mestrado)- Programa de Pós Graduação em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 2013.

WALLAH, S. E; RANGAN, B. V. **Low-Calcium Fly Ash-Based Geopolymer Concrete: Long-Term Properties.** Faculty of Engineering Curtin University of Technology Perth, Australia, 107 p. 2006.