# MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL Escola de Engenharia Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais PPGE3M

Desenvolvimento de concreto geopolimérico leve estrutural utilizando argila caulinítica calcinada e agregado de argila expandida

**Adalberto Viana Rodrigues** 

Tese para obtenção do título de Doutor em Engenharia

Porto Alegre - RS 2024

## MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL Escola de Engenharia Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais PPGE3M

Desenvolvimento de concreto geopolimérico leve estrutural utilizando argila caulinítica calcinada e agregado de argila expandida

## **Adalberto Viana Rodrigues**

Tecnólogo em Construção Civil – Edifícios Mestre em Engenharia e Ciências dos Materiais

Trabalho desenvolvido no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia.

Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Materiais

Porto Alegre – RS

2024

#### CIP - Catalogação na Publicação

```
Rodrigues, Adalberto Viana
Desenvolvimento de concreto geopolimérico leve
estrutural utilizando argila caulinítica calcinada e
agregado de argila expandida / Adalberto Viana
Rodrigues. -- 2024.
163 f.
Orientador: Saulo Roca Bragança.
Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio
Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de
Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2024.

    Cimento geopolimérico. 2. Concreto geopolimérico
leve. 3. Agregado de argila expandida. 4. Cimento
álcali ativado. 5. Argila caulinítica. I. Bragança,
Saulo Roca, orient. II. Título.
```

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Esta tese foi julgada adequada para obtenção do título de Doutor em Engenharia, área de concentração Ciência e Tecnologia de Materiais, e aprovada em sua forma final pelo orientador e pela banca examinadora.

## **Orientador: Prof. Dr. Saulo Roca Bragança**

Banca Examinadora:

Prof. Dr. André Zimmer	PPGTEM-IFRS
Prof. Dr. Deivis Luís Marinoski	PPGEC-UFSC
Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf	PPGEC-UFFS

Prof. Dr. Rodrigo de Lemos Peroni Coordenador do PPGE3M

#### AGRADECIMENTOS

Apoio. Quantas vezes eu necessitei disso, começando com minha esposa Luciane, minha família, meus irmãos, amigos e meu orientador Saulo. Penso que somente aqueles que precisam dos outros entendem o que realmente é um apoio. A verdade é que sempre sonhei em ser "mestre", mas nunca, nunca um "doutor", e se agora eu dedico essas expressões de agradecimento é porque, de fato, eu sei que nunca tive a capacidade de chegar até aqui sem o apoio de cada um de vocês.

À minha esposa Lu, que sempre me incentivou e me "alavancou" para fazer mais. Você, naturalmente, se permitiu abrir mão para que eu passasse um tempo considerável nesse projeto. Vimos os resultados desse esforço. Muito obrigado. Você é meu apoio nos dias de sol como este aqui, mas também em tempos de chuva e frio, eu te amo.

À minha mãe Josefa e meu Pai Raimundo (*in memoriam*), que são responsáveis não somente pela minha existência, mas pela formação do meu caráter e dos meus valores. Ao citar a família, é preciso lembrar Andreinha, Alê, Gegê e o Fofão.... É assim que nós nos tratamos como irmãos lá em casa. Com respeito ao meu pai, parte da alegria de um filho vem de dar orgulho a seu pai. Meu pai não viveu para ver isso, mas sei que ficaria muito orgulhoso, era o que ele sempre desejava para *todos* os filhos – que estudassem. À prima e professora Marlene, que ajudava o primo Betinho desde ao Fundamental até hoje. Ao primo Carlos Roberto, que, na época, me deu o primeiro compasso profissional (marca Kern, de aço inox) para que eu cursasse Técnico em Edificações; já se foram décadas e não esqueço do seu gesto. Às minhas Tias Laura e Tereza (*in memoriam*), que são e foram como uma segunda mãe, ainda guardo muitos presentes delas, mas o melhor deles são as lembranças de carinho, amor e apoio que recebi – eu fui uma criança feliz. Há ainda um nome que sempre preciso reconhecer e agradecer: minha primeira professora, que me ensinou a ler e escrever, Tia Josefina.

Entre amigos verdadeiros é preciso citar: Alzira, Antônio e Silvinha, Alci e Lizete, Belmonte e Claudete, Moacir, Ivan, Emerson e Odete, Eustáquio e Graça, Elcim e Heloísa, Fernando da Padaria, Fenelon e Pepê, Gui e Telma, Maurício e Márcia, Peixoto e Isabel, Serginho e Sônia, Reche e Cláudia, Rosane Saldanha, Rogê e Vera, Sidnei e Sônia, Vasques e Lelê.... Opa! e a sogrinha Lolinha.

Para o desenvolvimento desse trabalho eu contei com apoio de pessoas maravilhosas no LACER, como a Luciana Queiroz, o Pedro Augusto, a Waleska, o Thiago Wermuth, a Marcinha, a Tailane. Vivemos muitas coisas juntos nesses anos. Alguns se tornaram pais, mães e outros se casaram. Nessa lista, já há doutores, que seguiram o seu caminho, torço por todos – obrigado, pois cada um de vocês fez muito por mim. Nesse mesmo ambiente que convivi, é preciso lembrar de quatro professores que muito me ajudaram, Tânia Basegio, Tânia Hubert, Annelise Kopp e Bergmann. Agradeço à dedicação dos ICs Guilherme Finkler e Bruno Fuchs e, ainda, ao doutorando Themístocles, com os quais, contrariando a matemática, dividindo conhecimento conseguimos multiplicá-lo.

A todos os colegas que continuam trilhando o caminho do mestrado e doutorado deixo as palavras da professora Tânia Basegio, que tem um coração de mãe: "Se o Adalberto conseguiu, qualquer um de vocês vai conseguir também!" – Rimos muito com essa frase!

Agradeço a todos do LAMTAC por disponibilizarem sua estrutura para o seguimento dessa pesquisa, em especial os técnicos Ari e Airton, pelo apoio que recebi do IFCE-campus Itapipoca.

Agradeço ao meu amigo e orientador Saulo Roca Bragança. Uso a expressão "amigo" com muita estima. Saulo é extremamente competente, dedicado, profissional e, sob sua orientação, eu cresci muito como profissional. Saulo atuava ora como uma "alavanca", me movendo para frente e me instigando como um novo pesquisador, ora como um verdadeiro "apoio", ora como um crítico moderador das minhas falas impensadas. Nesse período, consegui desenvolver modéstia, pois sabia que, quando surgiam dúvidas, elas seriam dissipadas por ele. Se você deseja fazer um mestrado ou doutorado, procure-o e comprovará minhas palavras, ele se tornará não apenas o seu orientador, mas um *grande amigo*.

Eu preciso registrar a minha gratidão ao Engenheiro e Cientista de Materiais – que fez tudo – Jeová Deus (Salmo 83:18), pela minha e a sua existência e pelo presente que é a vida. Um presente só tem valor quando fazemos bom uso dele, e eu continuo querendo usar minha vida do melhor modo para agradar a Deus. Foi muito bom ter dividido o tempo do doutorado com as atividades espirituais, em especial com o trabalho voluntário de casa em casa. Obrigado pelo convívio que tive com todos.

Encerra-se uma fase que não foi nada fácil, e que não é para ser, e como triste ingrediente, nesse período, tivemos a Pandemia Covid-19, em que todos perdemos alguém que amávamos. Espero um dia que não haja mais doença nem mesmo a morte (Apocalipse 21:4), e preciso prestar minhas condolências a todos.

Todos vocês foram o meu ponto de apoio e, por isso, cheguei até aqui.

"Dê-me uma alavanca e um ponto de apoio e moverei o mundo."

Arquimedes (287 a.C – 212 a.C).

### **RESUMO**

A cada dia, a sociedade moderna se depara com novos desafios no desenvolvimento técnicocientífico. Um desses desafios é a dependência do cimento Portland na produção de concreto e o impacto ambiental gerado. Este trabalho teve como objetivo a caracterização e avaliação de uma argila caulinítica (AP) adquirida de uma jazida em Pantano-RS e sua aplicação como precursor metacaulinítico na produção de cimento geopolimérico, utilizando hidróxido de sódio e silicato de sódio como ativadores nos estudos de formulação. A argila caulinítica foi queimada a 750 °C e testada em quatro concentrações molares de ativador. Ao mesmo tempo, três formulações diferentes de ativadores foram utilizadas para a produção de pasta (PST), argamassa (AG) e concreto geopolimérico leve com propriedades estruturais (CGL). Para a produção do CGL foi utilizado o agregado de argila expandida (AAE) do único fabricante do país. O CGL com agregado de argila expandida foi comparado com outro CGL, formulado também com agregado de argila expandida extremamente leve, queimado a 1300 °C (AAE-RS-1300) e desenvolvido em laboratório. Posteriormente, foi realizada outra comparação com um concreto geopolimérico normal (CGN) de agregado de brita granítica. A comparação entre os três concretos se deu com um volume de 30% de agregados. Mediante os resultados obtidos, foi possível comprovar a viabilidade do uso da AP, como precursor geopolimérico (metacaulinita), a qual apresentou alta reatividade após queima a 750 °C. A melhor metodologia de dosagem ocorreu quando o hidróxido de sódio foi dissolvido diretamente no silicato de sódio na concentração de 8 mol. A resistência à compressão (RM) máxima da pasta foi de 43,18 MPa e a da AG foi de 34,71 MPa. O CGL com 20% AAE atingiu 30,38 MPa com massa específica de 1,95 kg/dm<sup>3</sup> após a cura a 50 °C e com 7 dias de idade, de modo que pode ser classificado como concreto leve estrutural. Os principais fatores que influenciaram a RM do CGL foram a sua estequiometria, a temperatura de cura, a idade e a utilização dos diferentes tipos de agregados, destacando-se o teor de água como fator fundamental na otimização da RM.

Palavras-chave: cimento geopolimérico; concreto geopolimérico leve; agregado de argila expandida; cimento álcali-ativado.

### ABSTRACT

Every day, modern society is faced with new challenges in technical-scientific development. One of these challenges is the dependence on Portland cement in the production of concrete and the environmental impact generated. This work aimed to characterize and evaluate a kaolinite clay (AP) acquired from a deposit in Pantano-RS and its application as a metakaolinite precursor in the production of geopolymer cement, using sodium hydroxide and sodium silicate as activators in formulation studies. Kaolinite clay was fired at 750 °C and tested at four molar concentrations of activator. At the same time, three different activator formulations were used for the production of paste (PST), mortar (AG) and lightweight geopolymer concrete with structural properties (CGL). For the production of CGL, expanded clay aggregate (AAE) from the only manufacturer in the country was used. The CGL with expanded clay aggregate was compared with another CGL, formulated with extremely light expanded clay aggregate fired at 1300 °C (AAE-RS-1300) and developed in the laboratory. Subsequently, another comparison was carried out with a normal geopolymer concrete (CGN) made of crushed granitic aggregate. The comparison between the three concretes took place with 30%vol of aggregates. Based on the results obtained, it was possible to prove the feasibility of using AP as a geopolymeric precursor (metakaolinite), which showed high reactivity after calcination at 750 °C. The best dosing methodology occurred when sodium hydroxide was dissolved directly in sodium silicate at a concentration of 8 mol. The maximum compressive strength (MR) of the paste was 43.18 MPa and that of AG was 34.71 MPa. CGL with 20% AAE reached 30.38 MPa with a specific gravity of 1.95 kg/dm<sup>3</sup> after curing at 50 °C with 7 days of age, so it can be classified as structural lightweight concrete. The main factors that influenced the RM of CGL were its stoichiometry, curing temperature, age and the use of different types of aggregates, highlighting the water content as a fundamental factor in optimizing RM.

Keywords: geopolymer cement; lightweight geopolymer concrete; expanded clay aggregate, mechanical strength.

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Cadeias geopoliméricas e a sua razão molar
Tabela 2: Razões molares de referência propostas por alguns autores.    39
Tabela 3: Resistência à compressão. Idade de 7 dias com biativador NaOH: Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> 42
Tabela 4: Classificação do concreto leve utilizando AAE: CMN NM 35/95 44
Tabela 5: Classificação de concreto leve (CL). Fonte: Neville (2016). Adaptado pelo autor 45
Tabela 6: Estudos de CGL realizado por diversos autores, levantamento dos tipos de agregados e
suas RM, ME e FE 46
Tabela 7: Propriedades do AAE conforme catálogo da Cinexpan (2023).       47
Tabela 8: Estudos de CGL realizado por diversos autores, com diferentes agregados leves e suas
resistências à compressão 52
Tabela 9: Caracterização e ensaio dos materiais realizados nesta pesquisa
Tabela 10: Análise química por fluorescência de raios X (FRX). Argila de Pantano (AP) 56
Tabela 11: Relações molares dos óxidos da AP. Peso molecular e número de mol 56
Tabela 12: Tabela 12: Distribuição do diâmetro das partículas (D) e área superficial (BET) da
AP
Tabela 13: Parâmetros referentes à curva de queima da AP (ATG/ATD) 59
Tabela 14: Resultado do índice de atividade pozolânica da AP.       60
Tabela 15: Limites de Atterberg da AP.    60
Tabela 16: Granulometria, dimensão máxima característica e módulo de finura da areia 61
Tabela 17: Propriedades físicas dos agregados: MAp, ME e índice de forma
Tabela 18: Absorção de água (AA%) e do biativador nos agregados em função do tempo 63
Tabela 19: Resistência mecânica dos agregados e absorção dos agregados
Tabela 20: Caracterização com espectroscopia de Raman em geopolímeros conforme alguns
autores
Tabela 21: Resistência à compressão em MPa da PST I no traço 1:0,5. Variação da temperatura
da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol)74
Tabela 22: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,7 (MPa). Variação da temperatura, da
idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol)
Tabela 23: Influência de diferentes concentrações de NaOH (dissolvido em água) sobre a RM
comparação com os parâmetros propostos por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p)
Pastas curadas a 50 °C PST I
Tabela 24: Propriedades físicas da PST I 1:0,5 na TA e T50 °C

Tabela 25: Propriedades físicas da PST I 1:0,7 na TA e T50 °C 80
Tabela 26: Espalhamento (cm) da PST I nos dois traços com monoativador (NaOH) em diferentes
concentrações molares
Tabela 27: Resistência mecânica (MPa) em diferentes razões mássicas entre ativadores
[(NaOH+H <sub>2</sub> O): Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ]. Traço 1:0,5
Tabela 28: Resistência mecânica (MPa) em diferentes razões mássicas entre ativadores
[(NaOH+H <sub>2</sub> O): Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ]. Traço 1:0,7
Tabela 29: Relação entre RM e diferentes razões molares entre ativadores [(NaOH+H2O):
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ] em 8 mol de NaOH. Comparação com os parâmetros propostos por Davidovits e fator
de água efetivo/precursor (aef/p). Pastas curadas a 50 °C
Tabela 30: Propriedades físicas da PST II nos traços 1:0,5 e 1:0,7 em diferentes razões mássicas
entre ativadores [(NaOH+H <sub>2</sub> O): Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ]
Tabela 31: Espalhamento da PST II em função do traço e da razão mássica entre ativadores
[(NaOH+H2O): Na2SiO3]. NaOH dissolvido em água e misturado com o silicato
Tabela 32: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,5 em diferentes idades e com NaOH
em concentração de 8 e 10 mol (NaOH:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Tabela 33: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,7 em diferentes idades e com NaOH
em concentração de 8 e 10 mol (NaOH:Na2SiO3)
Tabela 34: Relação entre RM em concentrações de 8 e 10 mol de NaOH. Comparação com os
parâmetros propostos por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p). Pastas III curadas a
50 °C
Tabela 35: Propriedades físicas da pasta III em função do traço e da concentração de NaOH de 8
e 10 mol (NaOH:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Tabela 36: Espalhamento da pasta III em função do traço e da concentração de NaOH de 8 e 10
mol (NaOH:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Tabela 37: Comparação da RM e o seu fator de eficiência (FE) entre as pastas I, II e III. Cura em
50 °C e aos 28 dias. Concentração de 8 mol do NaOH
Tabela 38: RM em concentrações de 8 mol de NaOH. Comparação com os parâmetros propostos
por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p). Traço 1:0,5. Pastas curadas a 50 °C em
28 dias. Pastas I e II na razão mássica 1:2 [(NaOH+H2O):Na2SiO3] e pasta III na razão mássica
1:5,03 (NaOH:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Tabela 39: Bandas características de geopolímeros e as estruturas formadas segundo Kurappaiyan
(2024) e outros autores

Tabela 40: Espectroscopia de Raman das PST I, II e III. Resultados da identificação dos picos em Tabela 41: Resistência à compressão da argamassa (AG III). NaOH dissolvido diretamente no Tabela 42: Propriedades físicas da AG III. Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de água. ..... 103 Tabela 43: Comparação entre o índice de consistência da AG III e da PST III...... 103 Tabela 44: Comparação de RM entre as argamassas e o seu fator de eficiência...... 107 Tabela 45: RM da PST III e da AG III após aquecimento na temperatura indicada...... 109 Tabela 46: Estudos de argamassa geopolimérica após exposição a temperaturas elevadas......110 Tabela 47: Resistência residual em relação à temperatura de referência (50 °C) em porcentagem para as PST III nos traços 1:0,5 e 1:0,7 e para as AG III nos traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7...... 111 Tabela 48: Variação da massa, do volume, da altura da amostra e da massa específica das pastas 1:0,5 e 1:0,7 e das argamassas 1:2:0,5 e 1:2:0,7 em função da temperatura...... 113 Tabela 49: Resistência mecânica e formulação do concreto geopolimérico leve (CGL). Traço em função do volume do AAE. Teor de argamassa (&). Traço unitário em massa (TUM) e traço em massa (TM). Cura em 50 °C e idade de 7 dias. ..... 115 Tabela 50: Resistência à compressão do CGL em função do %vol. de AAE em diferentes Tabela 51: Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção do CGL em função da porcentagem em volume de AAE. ..... 118 Tabela 52: Qualidade do concreto Portland para fins estruturais. Fonte: Paulo Helene (1983).. 118 Tabela 53: Fator de eficiência (FE) do CGL em função do %vol. de AAE...... 123 Tabela 54: Caracterização técnica. Concreto geopolimérico leve, concreto geopolimérico leve com AAE-RS-1300 (CGL-1300) e concreto geopolimérico normal (CGN) com 30% em volume de Tabela 55: Índice de vazios e absorção de água. Concreto geopolimérico leve (CGL), concreto geopolimérico leve com AAE-RS-1300 (CGL-1300) e concreto geopolimérico normal (CGN) com Tabela 56: Propriedades do agregado AAE-RS-1300, dos concretos leves com cimento Portland com AAE-RS-1300 (CL-1300) e com agregado leve da Cinexpan (CL-1250). Traço em massa do CL-1250 (Cinexpan) 1:2,4:1,6:0,8 e do CL-1300 1:2,4:1,6:0,72 (cimento:areia:AAE: 

Tabela 57: Argamassas produzidas com a pasta II nos traços 1:1:0,5; 1:2:0,5; 1:1:0,7 e 1:2:0,7
Tabela 58: Resistência à compressão da argamassa geopolimérica (AG II) nas idades de 7, 14 e 28
dias curadas a 50 °C
Tabela 59: Propriedades físicas da AG II. Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção
de água
Tabela 60: Comparação entre o índice de consistência da AG II e da PST II

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Pista do aeroporto de Brisbane-Austrália. Fonte: craincentral.com (2016)
Figura 2: Diferença entre cimento álcali-ativado e geopolimérico. Fonte: O autor
Figura 3: Classificação dos cimentos e dos geopolímeros. Fonte: PROVIS, 2013b. Adaptado 26
Figura 4: Principais precursores. Fonte: Albidah (2021). Adaptado pelo autor
Figura 5: Esquema da transformação da caulinita para metacaulinita. Fonte: O autor
Figura 6: Esquema das cadeias geopoliméricas. Fonte: Davidovits (2002). Adaptado
Figura 7: Estrutura formada utilizando o NaOH em um material caulinítico. Fonte: Teixeira
(2004)
Figura 8: Fases de policondensação geopolimérica. Fonte: Duxson (2007). Adaptado
Figura 9: Expressão de interdependência entre os precursores e ativadores
Figura 10: Quadro demonstrativo dos AAEs. Fonte: Rodrigues (2018)
Figura 11: Formação de eflorescência entre o NaOH e o gás carbônico. Fonte: O autor 50
Figura 12: Ciclo dos principais fatores de formação de eflorescência. Fonte: O autor 51
Figura 13: Fluxograma contendo as três fases da pesquisa de forma geral. Fonte: O autor 53
Figura 14: Fluxograma contendo as 3 fases da pesquisa detalhada. Fonte: O autor
Figura 15: Composição mineral por DRX da argila de Pantano. K = Caolinita; A = Anortita; Q =
Quartzo
Figura 16: Histograma e curva cumulativa da argila de Pantano58
Figura 17: Análise termogravimétrica (ATG; série 1 Azul) e análise termogravimétrica diferencial
(ATD; série 2 Vermelho)
Figura 18: DSC da argila de Pantano (AP) 59
Figura 19: Argila de Pantano antes e depois de calcinada a 750 °C. Após calcinação assumiu a
coloração rosa
Figura 20: Amostra do ABG e sua morfologia nos tamanhos retidos na peneira 4,8 mm e 6,33
mm
Figura 21: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,5 na T50 °C. Variação da idade de cura
e da concentração de NaOH (6 a 12 mol)
Figura 22: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,5 em TA. Variação da idade de cura e
da concentração de NaOH (6 a 12 mol)
Figura 23: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,7 na T50 °C. Variação da idade de cura
e da concentração de NaOH (6 a 12 mol)

Figura 24: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,7 em TA. Variação da idade de cura e
da concentração de NaOH (6 a 12 mol)
Figura 25: Pasta 1:0,7 com excesso de ativador após 2 horas
Figura 26: Pasta 1:0,5 com quantidade "ideal" de ativador após 2 horas
Figura 27: Espalhamento do ensaio de mini-slump entre as pastas com monoativador em diferentes
concentrações molares
Figura 28: Ensaio de mini- <i>slump</i> na PST 1:0,5 com 10 mol e seu espalhamento
Figura 29: Resistência à compressão da PST II no traço 1:0,5 em função da razão mássica entre
ativadores [(NaOH+H <sub>2</sub> O):Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ]
Figura 30: Resistência à compressão da PST II no traço 1:0,7 em função da razão mássica entre
ativadores [(NaOH+H <sub>2</sub> O): Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ]
Figura 31: Espalhamento (ensaio de mini-slump) em função do traço e da razão mássica entre
ativadores [(NaOH+H2O): Na2SiO3]. NaOH dissolvido em água e misturado com o silicato 87
Figura 32: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,5 em diferentes idades e com NaOH
em concentração de 8 e 10 mol (NaOH: Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Figura 33: Amostra da PST III em concentração de 10 mol de NaOH (NaOH: Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ) após 60
dias. Fonte: O autor
Figura 34: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,7 em diferentes idades e com NaOH
em concentração de 8 e 10 mol (NaOH:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Figura 35: Espalhamento (ensaio de mini-slump) da pasta em função do traço e da concentração
de NaOH de 8 e 10 mol (NaOH:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )
Figura 36: FE e RM dos melhores resultados das PST I, II e III
Figura 37: Espectroscopia de Raman da PST I, utilizando monoativador de NaOH dissolvido na
água com concentração de 8 mol com traço 1:0,5, curada na temperatura de 50°C, após sete
dias
Figura 38: Espectroscopia de Raman da PST II, utilizando biativador de NaOH dissolvida na água
com concentração de 8 mol e posteriormente misturado com o Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> na razão mássica de 1:2
[(NaOH+H2O) +Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ] com traço 1:0,5, curada na temperatura de 50°C, após sete dias 97
Figura 39: Espectroscopia de Raman da PST III, utilizando biativador de NaOH dissolvido
diretamente e misturado com o Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> na razão mássica de 1:5,03 [(NaOH+Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ] com traço
1:0,5, curada na temperatura de 50°C, após sete dias
Figura 40: Espectroscopia de Raman das pastas I, II e III, curada na temperatura de 50°C, após sete dias

Figura 41: Resistência à compressão da AG III em função do traço e da idade em T 50 °C 102
Figura 42: Resistência à compressão da AG III em função do traço e da idade em TA 102
Figura 43: Comparação entre a consistência da PST III e da AG III 104
Figura 44: Moldagem de AG e observação após 3 horas antes de ser inserida na estufa a 50 °C
Figura 45: Espalhamento do ensaio de mini- <i>slump</i> com a PST III nos traços 1:0,5 e 1:0,7 106
Figura 46: Espalhamento do ensaio de mini- <i>slump</i> com a AG III nos traços 1:1:0,5 e 1:1:0,7 106
Figura 47: Espalhamento do ensaio de mini- <i>slump</i> com a AG III nos traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7 106
Figura 48: FE e RM dos melhores resultados com as duas argamassas
Figura 49: Resistência à compressão da PST III e da AG III após exposição a altas temperaturas.
Figura 50: PST III 1:0,5 após aquecimento em 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C (da esquerda para
a direita)
Figura 51: PST III 1:0,7 após aquecimento em 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C (da esquerda para
a direita)
Figura 52: AG III 1:2:0,5 após queima a 900 °C 112
Figura 53: AG III 1:2:0,7 após queima a 900 °C 112
Figura 54: I – Variação da massa; II – Variação da massa específica (ME); III – Variação da altura
das amostras; e IV – Variação do volume. Variações das pastas 1:0,5 e 1:0,7 e da argamassa 1:2:0,5
e 1:2:0,7 nas temperaturas de 100 °C, 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C 114
Figura 55: Resistência à compressão do CGL em função do %vol. de AAE e da temperatura de
cura
Figura 56: Curva de regressão linear do CGL. Volume de AAE em função da RM 116
Figura 57: CGL com 20%, 30%, 40% e 60% de AAE – visão geral
Figura 58: CGL após desmoldagem com 20% de AAE 121
Figura 59: CGL após desmoldagem com 30% de AAE 121
Figura 60: CGL após desmoldagem com 40% de AAE 122
Figura 61: CGL após desmoldagem com 60% de AAE 122
Figura 62: Fator de eficiência (FE) e RM do CGL em função do %vol. de AAE 123
Figura 63: Micrografia óptica da superfície de fratura do concreto leve com cimento Portland e
AAE-RS-1300 (CL-1300) mostrando a interação entre o AAE-RS-1300 e a argamassa. Em
destaque, a fissura através dos agregados127
Figura 64: Micrografia óptica da superfície de fratura do concreto leve com cimento Portland e
AAE-1250 (CL-1250) mostrando a interação entre o AAE-1250 e a argamassa. Em destaque, o

desplacamento de apenas um agregado diante de uma grande área e a fissura através dos
agregados
Figura 65: Concreto geopolimérico leve (CGL), concreto geopolimérico normal (CGN), ambos
com 30 % vol. de AAE e ABG, e argamassa geopolimérica (AG III). As setas, no CGL, indicam
a penetração da argamassa nos poros do AAE e, no CGN, falhas na ZT entre o ABG e a
argamassa
Figura 66: CGL com 30% de AAE-RS-1300 e AG III (1:2:0,5). Em destaque, a presença de
argamassa no interior do agregado e boa aderência entre agregado e argamassa
Figura 67: CGL com 30% de AAE-RS-1300 e AG III (1:2:0,5). Superfície de fratura. Em destaque,
a trinca através do agregado
Figura 68: MEV da argamassa geopolimérica mostrando apropriada mistura e interação entre
componentes
Figura 69: MEV do CGL. Setas 1 a 3 mostram a interface argamassa-agregado
Figura 70: MEV do CGL. Penetração da argamassa no AAE
Figura 71: MEV do CGL. Presença de argamassa no interior do AAE 133
Figura 72: MEV do CGN. Aspecto geral e presença de fissuras
Figura 73: MEV do CGN. Setas indicando a presença de microfissuras
Figura 74: Resistência à compressão da AG II elaborada com a PST II 160
Figura 75: Resistência à compressão da PST II com traço 1:0,5 e da AG II nos traços 1:1:0,5 e
1:2:0,5 nas idades de 7, 14 e 28 dias
Figura 76: Resistência à compressão da PST II com traço 1:0,7 e da AG II nos traços 1:1:0,7 e
1:2:0,7 nas idades de 7, 14 e 28 dias 161
Figura 77: Comparação entre a consistência da PST II e a da AG II 163

# LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

AA%	Absorção de água
AAE	Agregado de argila expandida produzido pela empresa Cinexpan
AAE-RS-1300	Agregado de argila expandida produzida no RS e queimada a 1300 °C
ABG	Agregado de brita granítica
aef/p	Razão entre água efetiva, que se encontra nos ativadores, e o precursor
AG	Argamassa geopolimérica
AP	Argila caulinítica de Pantano
ASTM	American society for testing and materials
ATG	Análise termogravimétrica
ATV	Ativador
BET	Ensaio de área superficial e granulometria (Brunauer, Emmett e Teller)
BTV	Biativador
CdT°	Condutividade térmica
CGL	Concreto geopolimérico leve
CGN	Concreto geopolimérico normal
CGLAD	Concreto geopolimérico leve de alto desempenho
CL	Concreto leve
СР	Corpos de prova
D	Diâmetro de partículas
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
DTA/ADT	Termogravimetria térmica diferencial
DTG	Termogravimetria derivada
DMC	Dimensão máxima característica
DRX	Difração de raios X
EGAF	Escória granulada de alto forno
FE	Fator de eficiência (RM/ME)
FRX	Fluorescência de raios X
GEE	Gases de efeito estufa
IP	Índice de plasticidade
Iv%	Índice de vazios
IF	Índice de forma dos agregados
LACER	Laboratório de materiais cerâmicos

LAMTAC	Laboratório de materiais e tecnologia do ambiente construído
LL	Limite de liquidez
LP	Limite de plasticidade
МАр	Massa aparente
ME	Massa específica
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MF	Módulo de finura
MCS	Materiais cimentícios suplementares
MPa	Megapascal
PST	Pasta geopolimérica
RM	Resistência mecânica, ou à compressão
RMES	Resistência mecânica ao esmagamento
ТА	Temperatura ambiente (~22 °C)
TM	Traço em massa
TUM	Traço unitário em massa
TRRF	Tempo requerido de resistência ao fogo
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
ZT	Zona de transição, ou zona de aderência.
&	Teor de argamassa

# SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	21
1.1	IMPORTÂNCIA DO TEMA	21
1.2	JUSTIFICATIVA DA PESQUISA	21
2.	OBJETIVOS	23
2.1	OBJETIVO GERAL	23
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	23
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
3.1	BREVE HISTÓRICO	24
3.2	DEFINIÇÃO DE CIMENTO ÁLCALI-ATIVADO E GEOPOLIMÉRICO	25
3.2.1	Definição de geopolímero	
3.3	PRINCIPAIS PRECURSORES	28
3.3.1	Escória granulada de alto forno	29
3.3.2	Sílica ativa como precursor	30
3.3.3	Cinzas volantes.	30
3.3.4	Lama vermelha	30
3.3.5	Cimento Portland	31
3.3.6	Argila caulinítica – Metacaulim	31
3.4	PRINCIPAIS ATIVADORES	32
3.4.1	Hidróxido de sódio	33
3.4.2	Silicato de sódio	34
3.4.3	Sílica ativa como ativador	34
3.5	MECANISMOS DE POLIMERIZAÇÃO	34
3.6	ESTEQUIOMETRIA E RAZÕES MOLARES	37
3.6.1	Valores de razão molar	39
3.7	PROPRIEDADES E VANTAGENS DO CIMENTO GEOPOLIMÉRICO	40
3.7.1	Resistência ao fogo	40
3.7.2	Resistência à compressão e resistência precoce.	41
3.7.3	Resistência à corrosão química.	42
3.7.4	Condutividade térmica.	43
3.8	CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE	43

3.8.1	Classificação conforme as normas e as propostas dos autores.	. 43
3.8.2	Tipos de concreto geopolimérico leve.	. 44
3.8.3	Aplicação do concreto geopolimérico leve e estrutural.	. 44
3.8.3.1	Resistência à compressão do concreto geopolimérico leve	. 46
3.8.3.2	Concreto geopolimérico leve de agregado de argila expandida	. 47
3.8.3.3	Absorção de água e índice de vazios do concreto geopolimérico leve	. 49
3.8.3.4	Eflorescência nos concretos geopoliméricos	. 50
3.9	SÍNTESE DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	. 51
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	. 52
4.1	MATERIAIS	. 55
4.1.1	Preparo e caracterização da argila de Pantano crua e calcinada.	. 55
4.1.2	Preparo da argila calcinada.	. 55
4.1.3	Ensaios de caracterização da argila de Pantano	. 55
4.1.3.1	Fluorescência de raios X (FRX).	. 55
4.1.3.2	Difração de raios X (DRX).	. 56
4.1.3.3	Granulometria a laser e ensaio de área superficial (BET)	. 57
4.1.3.4	Análises termogravimétricas e diferencial: ATG/DTG/DSC.	. 58
4.1.3.5	Atividade pozolânica.	. 60
4.1.3.6	Limite de liquidez, plasticidade e índice de plasticidade	. 60
4.1.3.7	Propriedades físicas da argila: massa aparente e massa específica e coloração	. 61
4.1.4	Caracterização do agregado miúdo (areia).	. 61
4.1.5	Caracterização do agregado graúdo: argila expandida e brita granítica	. 62
4.1.5.1	Índice de forma, granulometria, massa aparente, massa específica e absorção de água	62
4.1.5.2	Resistência mecânica ao esmagamento e absorção de água do agregado	. 64
4.1.6	Caracterização e preparo dos ativadores.	. 64
4.1.6.1	Caracterização dos ativadores.	. 64
4.1.6.2	Preparo do monoativador: NaOH dissolvido em água.	. 65
4.1.6.3	Preparo do biativador: NaOH dissolvido em água e posteriormente no Na2SiO3	. 65
4.1.6.4	Preparo do biativador: NaOH dissolvido diretamente no Na2SiO3.	. 65
4.2	MÉTODOS	. 65
4.2.1	Formulação, preparo e conformação das pastas geopoliméricas	. 65
4.2.2	Formulação, preparo e conformação das argamassas.	. 67
4.2.3	Concreto geopolimérico leve e geopolimérico normal.	. 68

4.2.3.1 Formulação, preparo e conformação do concreto geopolimérico	. 69
4.2.4 Caracterização tecnológica das pastas, das argamassas e dos concretos	. 70
4.2.4.1 Ensaio de consistência das pastas e argamassas	. 70
4.2.4.2 Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de água	. 70
4.2.4.3 Resistência à compressão	. 71
4.2.4.4 Resistência à compressão da PST III e AG III diante de altas temperaturas (incêndio)	. 71
4.2.4.5 Espectroscopia de Raman das pastas geopoliméricas I, II e III	. 71
4.2.4.6 Caracterização da microestrutura por microscopia óptica e eletrônica da AG e do CGL.	. 72

5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES
5.1	PASTAS GEOPOLIMÉRICAS (PST)
5.1.1	Pastas com monoativador (PST I): NaOH dissolvido em água
5.1.1.1	Resistência mecânica
5.1.1.2	Avaliação da influência da concentração de NaOH na resistência mecânica segundo os
parâme	etros de Davidovits (PST I)
5.1.1.3	Massa aparente (MAp), massa específica (ME), índice de vazios (Iv%) e absorção de água
(AA%)	) da PST I
5.1.1.4	Consistência da PST I (NaOH dissolvido em água)
5.1.2	Pastas com biativador (PST II): NaOH dissolvido em água e no Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>
5.1.2.1	Resistência mecânica em diferentes razões mássicas entre ativadores [NaOH: Na2SiO3]:
pastas	com NaOH dissolvido em água e no Na2SiO3 (solução líquida)
5.1.2.2	Avaliação da razão mássica NaOH/Na2SiO3 na resistência mecânica segundo os
parâme	etros de Davidovits (PST II)
5.1.2.3	Massa aparente (MAp), massa específica (ME), índice de vazios (Iv%) e absorção de água
(AA%)	) da PST II
5.1.2.4	Consistência da Pasta: NaOH dissolvido em água e no Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>
5.1.3	Pastas com biativador (PST III): NaOH dissolvido diretamente em Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>
5.1.3.1	Resistência mecânica da PST III em função da concentração de NaOH
5.1.3.2	Avaliação da variação da concentração do NaOH na resistência mecânica segundo os
parâme	etros de Davidovits (PST III)
5.1.3.3	Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção de água da PST III 90
5.1.3.4	Consistência da pasta III
5.1.4	Análise da resistência mecânica das pastas geopoliméricas I, II e III
5.1.5	Análise de espectroscopia de Raman das pastas geopoliméricas I, II e III

5.2	ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS 100
5.2.1	Argamassa com biativador (AG III): NaOH dissolvido no Na2SiO3 101
5.2.2	Resistência mecânica da AG III
5.2.3	Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção de água da AG III 103
5.2.4	Consistência da AG III
5.2.5	Fator de eficiência das argamassas geopoliméricas107
5.2.6	Avaliação do desempenho da PST III e da AG III em ensaios a altas temperatura 108
5.3	CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE (CGL) E CONCRETO
GEO	POLIMÉRICO NORMAL (CGN) 114
5.3.1	Resistência mecânica do concreto geopolimérico leve (CGL) 115
5.3.2	Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção de água do CGL 117
5.3.3	Aparência do CGL após a moldagem 119
5.3.4	Fator de eficiência do concreto geopolimérico leve
5.3.5	Comparação entre concreto geopolimérico leve e concreto geopolimérico normal 124
5.3.6	Análise microestrutural da argamassa e do concreto geopolimérico 129
6.	CONCLUSÃO
7.	SUGESTÕES PARA OS PRÓXIMOS TRABALHOS140
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 141
9.	ANEXO I 159
9.1 Na2S]	ARGAMASSA COM BIATIVADOR: NaOH DISSOLVIDO EM ÁGUA E NO 103
9.1.1	Resistência mecânica da AG II
9.1.2	Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de água da AG II 161
9.1.3	Consistência da argamassa: NaOH dissolvido em H2O e no Na2SiO3 162

## 1. INTRODUÇÃO

## 1.1 IMPORTÂNCIA DO TEMA

A indústria cimenteira é responsável pela segunda maior atividade geradora de gases que causam o efeito estufa (GEE), contribuindo significativamente para o aquecimento global, sendo também responsável por cerca de 8 a 10% das emissões mundiais de gás carbônico (CO<sub>2</sub>). (HASSAN, A. *et al.*, 2019; WANG, Y. *et al.*, 2020; SINGH, N.B. *et al.*, 2020). Estudos revelam que para cada tonelada de cimento produzido há uma emissão de aproximadamente uma tonelada de GEE, dos quais 0,689 tonelada refere-se ao gás carbônico, além de óxidos de enxofre e nitrogênio (AGUILAR, R.A. *et al.*, 2010; SULTAN, M. E. *et al.*, 2018). Estima-se que a produção mundial de cimento é da ordem de 2,2 bilhões de toneladas (LONGHI, M.A., 2015; 2019b). No Brasil, foram produzidos, em 2022, aproximadamente 65,8 milhões de toneladas de cimento (SNIC, 2023). Esse cenário mostra o grande impacto ambiental que o cimento causa.

Por outro lado, o cimento geopolimérico, a depender das fontes utilizadas, pode reduzir em até 80% a emissão de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) (ZAKKA, W.P. *et al.*, 2021). A justificativa dessa redução está nos materiais precursores e na ausência de altas temperaturas de calcinação, como ocorre na produção do clínquer. Com isso, o processo de produção do cimento geopolimérico requer um menor consumo energético, gerando um produto capaz de alcançar elevada resistência mecânica (ZAKKA, W.P. *et al.*, 2021; HASSAN, A. *et al.*, 2019). Assim, alguns autores atestam que o cimento geopolimérico pode ser considerado como um material mais sustentável (SOARES, J.C. *et al.*, 2022; RASHAD, A.M., 2013; YUAN, J., 2016). Dito em outras palavras, o cimento geopolimérico pode vir a substituir, de forma considerável, o cimento Portland, diminuindo os impactos ambientais (FERRAZZO, S.T; et al., 2024; ARAÚJO, M.T; et al., 2024).

## **1.2 JUSTIFICATIVA DA PESQUISA**

Apesar de o uso de cimentos álcali-ativados ou geopoliméricos remontar ao seu uso na indústria desde a década de 1940, há muitas lacunas sobre o emprego desse material. Uma delas envolve as propriedades de um mesmo material quando se utilizam ativadores e precursores diferentes, ainda que todos sejam "geopolímeros".

Existem dificuldades no estabelecimento de uma metodologia de dosagem, pois os ativadores utilizados requerem cuidados específicos e preparo prévio. Embora seja apontado que o custo do cimento geopolimérico pode ser elevado quando comparado ao do cimento Portland, é necessário levar em conta o ganho ambiental. Ao mesmo tempo, a indústria da construção civil precisa implementar novas metodologias para viabilizar essa opção.

O uso de materiais alternativos na produção de cimento geopolimérico, como cinzas, resíduos, escórias, entre outros, está sendo pesquisado por muitos autores. As argilas, por sua abundância e qualidade comprovada, são uma das matérias-primas mais importantes. No entanto, é necessária a otimização da calcinação e a caracterização adequada para verificar todo o seu potencial.

O Brasil é o sexto maior país em produção de cimento Portland, com construções de referência mundial. Apesar disso, nosso país não possui ainda uma produção significativa de cimento geopolimérico ou álcali-ativado, estando em desvantagem quando comparado a outros países.

Ao considerar a utilização do concreto estrutural leve, surge ainda outro desafio, pois o Brasil possui apenas um único fabricante de agregado de argila expandida, no sudeste do país, limitando seu uso a obras específicas, em sua maioria de menor monta.

É preciso lembrar que o cimento Portland, com seus 200 anos <sup>(1)</sup> de uso, acumulou uma grande quantidade de normas técnicas. Mesmo assim, muitas pesquisas são desenvolvidas buscando aprimorar o uso de aditivos, a aplicação de materiais cimentícios suplementares (MCS) e até de técnicas construtivas. Para o cimento geopolimérico, é necessário "construir" todo esse conhecimento e tentar entender todo o processo e as peculiaridades que envolvem a produção do próprio cimento, da pasta, da argamassa e do concreto. Além do mais, também é necessário criar um conjunto de normas específicas para esse cimento.

O desenvolvimento de concretos geopoliméricos leves foi o principal tema deste trabalho. Esse assunto é pouco relatado na literatura, de modo que esta investigação procura dar uma importante contribuição na divulgação do correto uso desses materiais, cuja utilização, no caso do concreto leve normal, é conhecida por reduzir o custo de transporte (queima de combustível) e gerar grande economia no dimensionamento de estruturas devido ao seu menor peso. O trabalho parte do desenvolvimento de pastas geopoliméricas e de suas argamassas e finaliza com o estudo dos concretos leve e normal.

## 2. OBJETIVOS

#### 2.1 OBJETIVO GERAL

Esta pesquisa busca desenvolver um concreto geopolimérico leve com resistência estrutural superior a 20 MPa utilizando argila caulinítica calcinada e agregado de argila expandida.

## 2.2 **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

a) Caracterizar e determinar as propriedades físicas e químicas de uma argila caulinítica calcinada proveniente da região de Pantano-RS, verificando o seu potencial como precursor em materiais cimentantes geopoliméricos.

b) Avaliar o efeito das concentrações de ativadores à base de NaOH, bem como o efeito de concentrações de biativadores à base de NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> na argila calcinada, buscando uma maior eficiência e maior resistência estrutural.

c) Produzir e desenvolver uma metodologia de dosagem para concreto geopolimérico leve com propriedades estruturais.

d) Verificar propriedades, como resistência mecânica, fator de eficiência, absorção de água e índice de vazios dos materiais produzidos, relacionando-as com a microestrutura.

 e) Avaliar o efeito de altas temperaturas na argamassa geopolimérica destinada à produção do CGL, verificando o efeito sobre a massa específica e a resistência residual.

f) Comparar as propriedades de resistência mecânica do concreto geopolimérico leve (CGL)
 com as do concreto geopolimérico normal (CGN).

## 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 3.1 BREVE HISTÓRICO

Os cimentos geopoliméricos, assim como o cimento por álcali-ativação, em um primeiro momento são tratados como únicos em seu processo histórico. Alguns pesquisadores acreditam que os blocos das Pirâmides, no antigo Egito, tenham sido, na verdade, assentados utilizando-se pedregulhos, cal, ou mistura de cal hidratada [Ca(OH<sub>2</sub>)] juntamente com barrilha de carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), e água. Diante dessa teoria, é possível que cimentos produzidos por álcali-ativação ou geopoliméricos remontem há cerca de 4500 anos (VASSALO, E.A.S., 2013; DAVIDOVITS, J., 2020). Portanto, o material desenvolvido, ou seja, cimento geopolimérico ou álcali-ativado, é composto por um sólido rico em sílica, alumina, cálcio e um material em estado líquido capaz de lixiviar e promover novas ligações.

Por volta da 1940, o pesquisador Purdon realizou estudos, na Bélgica, utilizando escórias de alto forno e um material alcalino – NaOH –, promovendo uma ligação entre esses materiais. Esse cimento ficou conhecido como "Purdoncement", mas a empresa durou apenas três anos. Ainda hoje, é possível encontrar prédios construídos com esse material em Bruxelas. Mais tarde, por volta de 1957, na Ucrânia, Glukhovsky utilizou materiais com altos teores de sílica e alumina e um menor teor de cálcio. A esses aglutinantes deu-se o nome de "soil cement" e "soil silicates", e eles alcançaram grande êxito (PROVIS, J.L. *et al.*, 2014; SHI, C. *et al.*, 2006).

Na década de 1970, ocorreram alguns incêndios na França, e como estratégia o governo incentivou a pesquisa de materiais cimentícios alternativos. Na "caminhada" dessas pesquisas, houve intensas descobertas, levando a um melhor entendimento dos mecanismos de álcali-ativação e geopolimerização. Glukhovsky propôs um modelo químico que explicava a álcali-ativação. O químico Davidovits, em 1970, observou a transformação de um material amorfo em uma semiestrutura de sílica e alumina. Davidovits propôs então alguns nomes de sua descoberta, entre eles: solo-cimento, cimento polimérico e cimento geopolimérico. Em 1976, Davidovits patenteia sua "descoberta" de materiais com alto teor de sílica e alumina atacados com um material cáustico como o NaOH e KOH, propondo o nome de "geopolímero" ou "cimento geopolimérico" junto à IUPAC (GARCIA-LODEIRO, I. *et al.*, 2014; PROVIS, J.L. *et al.*, 2009).

Mais tarde, alguns países começaram a comercializar esse cimento "alternativo". Nos EUA, surgiu a marca "Pyramente Cement"; na Austrália, "E-Crete"; e, no Brasil, "Geo-Pol". Atualmente, uma das obras de maior destaque que utilizou o cimento geopolimérico é a do aeroporto de Brisbane West Wellcamp, na Austrália, considerada a maior obra em concreto geopolimérico do mundo. Essa obra consumiu cerca de 40.000 m<sup>3</sup> desse material, e o aeroporto

está em operação desde 2014 (GLASBY, T. *et al.*, 2015; QUEIROZ, L.C. *et al.*, 2022). A Figura 1 apresenta o aeroporto de Brisbane.



Figura 1: Pista do aeroporto de Brisbane/Austrália. Fonte: craincentral.com (2016).

## 3.2 DEFINIÇÃO DE CIMENTO ÁLCALI-ATIVADO E GEOPOLIMÉRICO

Nos primeiros estudos realizados desse tipo cimento, utilizavam-se um material rico em sílica (S:  $SiO_2$ ) e alumina (A:  $Al_2O_3$ ) e o óxido de cálcio (C: CaO). Quando ocorria o processo de lixiviação ou ataque da base nesses minerais, formava-se uma ligação amorfa, muito parecida com a do cimento Portland, denominada silicato de cálcio hidratado (C-S-H; H: H<sub>2</sub>O). No entanto, no caso das ligações por álcali-ativação, formava-se o (C)-A-S-H. Essa passou a ser então a definição dos cimentos por álcali-ativação, ou seja, cimentos ricos em cálcio e sílica, além da alumina. Nos cimentos álcali-ativados, embora se tenha a alumina (A) na composição, sua quantidade tende a ser inferior ao C e a S.

Diferentemente do cimento por álcali-ativação, o cimento geopolimérico possui baixas concentrações de óxido de cálcio, porém é rico em sílica e alumina, formando uma estrutura com preponderância do sódio (N: Na<sub>2</sub>O), ou outro ativador, e tendo a estrutura (N)-A-S-H. Quanto à água de hidratação (H), mais tarde verificou-se que serve apenas como um meio para dissolução das estruturas amorfas e que, após o desencadeamento das reações e a formação de novas cadeias, a molécula de água não faz mais parte dessas estruturas (FERREIRA, W.M. *et al.*, 2022; AZEVEDO, A.R.G. *et al.*, 2020a). A Figura 2 resume conceitualmente a diferença dos materiais citados, que formam estruturas distintas.



Figura 2: Diferença entre cimento álcali-ativado e geopolimérico. Fonte: O autor.

Há um consenso entre os pesquisadores de que os polímeros inorgânicos, ou simplesmente geopolímeros, são uma subclasse dos cimentos álcali-ativados ricos em Ca (os geopolímeros são ricos em Si e Al). Por outro lado, tem-se observado que o termo "geopolímero" se tornou cada vez mais popular, mesmo no meio técnico, e está sendo aplicado de forma genérica para as duas estruturas (KARUPPAIYAN, J. *et al*, 2023). A Figura 3 apresenta essa subclasse proposta por Provis (2013).



Figura 3: Classificação dos cimentos e dos geopolímeros. Fonte: PROVIS, 2013. Adaptado.

#### 3.2.1 Definição de geopolímero

O termo "geopolímero" surge da junção das seguintes palavras: prefixo *geo* = terra, solo ou argila; poli = vários, muitos; e do sufixo *meros* = qualquer um, algum, alguém. Os geopolímeros são conhecidos como estruturas longas e repetitivas e são ativados na temperatura abaixo de 100 °C (KARUPPAIYAN, J. *et al.*, 2023). Os geopolímeros, por serem ricos em silicatos (Si –) e aluminatos (A1 –), são denominados como aluminossilicatos, com estrutura amorfa (não cristalina). São também chamados de polímeros inorgânicos, e sua natureza química é semelhante à das zeólitas, porém são zeólitas modificadas ou manipuladas pelo homem, possuindo uma rede interconectada de grupos de silicatos e aluminatos (ARBEL-HADDAD, M. *et al.*, 2022; ALBEGMPRLI, H.M. *et al.*, 2022). As zeólitas, por definição, pertencem ao grupo de minerais formado por "silicatos hidratados de alumínio, cálcio ou álcalis" (NBR NM 66, 1998).

Os geopolímeros, assim como os materiais desenvolvidos por álcali-ativação, precisam de dois grupos para sua formação: os precursores e os ativadores. Quando ocorre a união desses materiais, surge uma reação exotérmica que provoca a lixiviação dos aluminatos e silicatos amorfos, formando as cadeias poliméricas ou o cimento geopolimérico. Os precursores são fontes de aluminossilicato, e fazem parte desse grupo a argila calcinada, o metacaulim, a sílica ativa e materiais residuais, como cinza volante e escória de alto forno. Há ainda materiais alternativos, como a cinza da casca de arroz, cinza da biomassa de palma e a lama vermelha, que é um resíduo da extração da bauxita. Portanto, materiais ricos em aluminossilicatos fazem parte do grupo "precursor" (ASSI, L.N. *et al.*, 2020; ZAKKA, W.P. *et al.*, 2021; MURALEEDHARAN, M. *et al.*, 2021; KHATER, H.M. *et al.*, 2022).

O grupo dos ativadores é composto de materiais básicos com elevado pH. Trata-se de materiais solúveis em água que possuem, em sua composição química, metais alcalinos ou alcalinos terrosos, sendo conhecidos como álcalis (KARUPPAIYAN, J. *et al*, 2023). Entre os ativadores alcalinos, pode-se destacar: hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de potássio (KOH), silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), silicato de potássio (K<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), carbonato de potássio (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), sulfato de cálcio (CaSO<sub>4</sub>) e sulfato de sódio (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (GUO, S. *et al.*, 2019; AMRAN, M. *et al.*, 2021; YOUNIS, K.H., 2022; GERALDO, R.H. *et al.*, 2023). O cálculo das razões molares ou relações estequiométricas dos ativadores é importante para o melhor desempenho desse material. Além disso, outros fatores podem ser considerados, como o reaproveitamento ou reuso de ativadores, que, do contrário, poderiam ser verdadeiros passivos ambientais, e também seu custo e disponibilidade. Alguns ativadores podem estar no estado sólido, e seu processo de dissolução inicia pela adição apenas da água (H<sub>2</sub>O), similar ao que ocorre com a produção do cimento Portland (ZHANG, H.Y. *et al.*, 2021).

Os ativadores alcalinos mais utilizados são os hidróxidos de sódio ou potássio e o silicato de sódio, podendo ser empregados individualmente ou em combinação. Em síntese, o hidróxido de sódio em solução atua principalmente na dissolução dos íons Si<sup>4+</sup>/Al<sup>3+</sup> dos precursores. Já o silicato de sódio em solução é utilizado para promover o processo de condensação durante a geopolimerização, atuando como aglutinante (AZEVEDO, A.R.G. *et al.*, 2020a).

A hidroxila (OH<sup>-</sup>) é muito importante na primeira etapa de dissolução dos aluminossilicatos e, posteriormente, no processo de geopolimerização, pois atua como catalisador da reação durante o processo de ativação. O cátion (Na<sup>+</sup>) é importante para o equilíbrio de carga da rede de

aluminossilicato formada na última etapa do processo. O gel formado de aluminossilicato de sódio (N-A-S-H) contém, em sua estrutura, os tetraedros de Si e Al distribuídos aleatoriamente ao longo das cadeias poliméricas reticuladas que fornecem cavidades, as quais possuem tamanho suficiente para acomodar os íons de sódio hidratados, de modo a manter o equilíbrio de carga. Assim, a solução de NaOH é importante para o processo de geopolimerização, já que dissolve os íons dos precursores (Si<sup>4+</sup> e Al<sup>3+</sup>). Contudo, em temperatura ambiente, o processo é muito lento e levaria a uma baixa resistência. Para resolver esse problema, utiliza-se a combinação de NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, já que esse último tem influência decisiva no aumento da resistência dos cimentos álcali-ativados (BERNAL, S.A. *et al.*, 2010; BRITO, W.S., 2018; FRANÇA, S. *et al.*, 2022; ALHAWAT, M.A., 2022).

A adição Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> fornece espécies de sílica solúvel de modo a aumentar a reatividade e promover a formação de cadeias mais longas oligoméricas de silicato. Essas, por sua vez, promovem o processo de condensação de cimentos álcali-ativados, melhorando assim suas propriedades mecânicas. Logo, um maior conteúdo de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> aumenta o teor de silício (Si) solúvel no ativador, favorece a formação de gel, aumenta a relação Si/Al e aumenta o grau de condensação, resultando em uma maior resistência mecânica (BERNAL, S.A. *et al.*, 2010; KAZE, 2018; FRANÇA, S. *et al.*, 2022).

## 3.3 PRINCIPAIS PRECURSORES

Alguns dos precursores que são utilizados como materiais cimentícios suplementares (MCS) com o objetivo de melhorar a performance do cimento são também fontes para a produção de cimentos álcali-ativados e cimentos geopoliméricos (JUENGER, M.C.G. *et al.*,2019; OLIVEIRA, V.M. *et al.*, 2021). Em um trabalho desenvolvido por Albidah (2021), destacou-se que as pesquisas com geopolímeros ou álcali-ativação se concentram em cinco principais precursores, e um deles é o uso parcial do próprio cimento (Figura 4). As outras quatro principais fontes de precursores para produção de geopolímero são a escória de alto forno, a sílica ativa, a cinza volante e o metacaulim. Esses cinco precursores são responsáveis por 91,8% dos estudos. A argila caulinítica é o precursor menos pesquisado, com apenas 1,6%.



Figura 4: Principais precursores. Fonte: Albidah (2021). Adaptado pelo autor.

### 3.3.1 Escória granulada de alto forno

A escória granulada de alto forno (EGAF), ou o termo anglo-saxão *slag*, é um resíduo da produção do ferro-gusa. Trata-se de um material cimentício suplementar que já foi utilizado junto ao clínquer com objetivo de minimizar os efeitos ambientais e de diminuir o custo final. A EGAF possui um alto teor de CaO (~30-40%) e altos teores de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e MgO, os quais são essenciais para as reações de álcali-ativação, pois, quando ocorre a sintetização, formam principalmente a zeólita tobermorita C-A-S-H. O processo de obtenção ocorre quando a escória é resfriada abruptamente com jatos de ar ou água, tornando-se granulada com propriedade amorfa (CLAISSE, P.A. 2019; YOUNIS, K.H., 2022).

Estima-se uma produção global de EGAF de 300 milhões toneladas/ano (DANISH, P. *et al.*, 2020). Diversos estudos foram feitos com a EGAF mostrando propriedades como fluidez, resistência mecânica, resistência ao fogo e boa relação com outros precursores (HUAJUN, Z. *et al.*, 2021; YOUNIS, K.H., 2022; HALA, A.H. *et al.*, 2023). O uso de EGAF mostrou um efeito benéfico nos cimentos álcali-ativados na questão da porosidade, de maneira que a resistência mecânica aumenta com o passar do tempo. A sua composição se apresenta na ordem de CaO (30-45%); SiO<sub>2</sub> (30-35%); Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (10-13%); MgO (5-10%) (ALBIDAH, A.S; 2021; LE, L. *et al.*, 2020).

### 3.3.2 Sílica ativa como precursor

A sílica ativa, também chamada de sílica condensada, sílica de fumo ou microssílica, tem sido utilizada não somente como um precursor, mas também combinada com outros precursores, principalmente quando a intenção é aumentar a razão molar entre o SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Trata-se de um resíduo da produção do ferro-silício, com grande amorficidade e fornecido em esferas de 0,15  $\mu$ m. A sílica ativa tem ~80%, chegando a 97%, de dióxido de silício, SiO<sub>2</sub> (RIBEIRO, D.V. *et.al.*, 2021; XINYAN, W, *et al.*, 2022).

É comum encontrar metodologias de dosagem em que a sílica ativa é misturada junto com hidróxido de sódio (NaOH) com o objetivo de substituir o silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). Nesse sentido, a sílica ativa é misturada com o hidróxido de sódio, formando um biativador, apesar de estar no estado sólido (ASSI, L.N. *et al.*, 2018 e 2020). Um dos fatores que justificam essa metodologia é que o óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O) tem um custo inferior quando comparado com o silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). Assim, com a sílica ativa é possível aumentar a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e, ao mesmo tempo, controlar o teor de Na<sub>2</sub>O quando esse chega a índices elevados (AHMED, N. *et al.*, 2019; FATEMEH, O. *et al.*, 2022). O uso de sílica ativa tende a aumentar a resistência à compressão, melhora a durabilidade e proporciona uma melhor trabalhabilidade e maior fluidez.

## 3.3.3 Cinzas volantes

As cinzas de carvão fóssil que são carreadas para fora do combustor com o ar de combustão, são denominadas como cinzas volantes. Trata-se de um resíduo fino que advém da queima do carvão nas usinas termoelétricas, podendo ser utilizado para produção de geopolímeros. A utilização de carvão resultou num aumento exponencial de cinzas para ~750 milhões de toneladas em 2015 (GOLLAKOTA, A.R.K. *et al.*, 2019; ASSI, L.N. *et al.*, 2020; AMRAN, M. *et al.*, 2021). As cinzas volantes são um material com propriedades pozolânicas com alto teor de alumina e sílica e, na presença de água, confere propriedades cimentícias.

### 3.3.4 Lama vermelha

A indústria de exploração mineral tem sofrido com o passivo ambiental. Na produção e extração da bauxita para produção de alumina, há um resíduo denominado lama vermelha. A produção desse resíduo atinge 120 milhões de toneladas por ano, o que se soma ao estoque já existente de 2,7 bilhões de toneladas em todo o mundo. A quantidade gerada de lama vermelha varia de 55 a 65% da bauxita processada, e o Brasil está entre os seis maiores produtores dessa lama. Visto que esse resíduo é altamente alcalino, torna-se um excelente material para a produção de um cimento geopolimérico ou de álcali-ativação. Os resíduos da bauxita contêm uma gama de óxidos,

incluindo FeO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (20–60%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (10–30%), SiO<sub>2</sub> (2–30%), Na<sub>2</sub>O (2–10%), CaO (2–15%) (MURALEEDHARAN, M. *et al.*, 2021; AMAN, K. *et al.*, 2021).

### 3.3.5 Cimento Portland

O cimento Portland também é usado como precursor, porém com reservas, uma vez que a lógica sempre foi encontrar um cimento alternativo que gere um menor impacto ambiental. Assim, o cimento sempre é utilizado em pequenas frações e é voltado mais para a busca de uma melhor eficiência em alguma propriedade do que necessariamente como precursor por excelência – por exemplo, ganho de resistência com uma cura em temperaturas menores ou em temperatura ambiente (ZAKKA, W.P. *et al.*, 2021).

## 3.3.6 Argila caulinítica – Metacaulim

O caulim é um mineral encontrado na natureza na forma rochosa ou de forma desagregada em algumas argilas, denominadas argilas cauliníticas (DAL MOLIN, D.C.C., 2011; RIBEIRO, D.V. *et al.*, 2021). O metacaulim, principal composto após a calcinação das argilas, possui uma gama de aplicações e usos, sendo utilizado nas indústrias de tecidos, papel, tintas, ração animal, fertilizantes, processamento de polímeros, cerâmicas e na indústria da construção civil como adição ou aditivo no cimento e no concreto. O preço do metacaulim varia de U\$ 200 a U\$ 500 por tonelada, e ele é uma das grandes *commodities* devido à sua aplicação em vários segmentos (ASSI, L.N. *et al.*, 2020; VENTRUZ, 2023). É valido lembrar que existem normas específicas para uso e aplicação de metacaulim, o qual se diferencia da argila caulinítica, como exemplo a NBR 15894 (ABNT, 2010).

Após desagregação, é possível classificar a argila caulinítica como um material argilo arenoso, visto que sua partícula *in natura* pode ser superior a 2 mm. A argila de caulinítica é formada por silicatos hidratados que são ricos em alumina, sílica e oxigênio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O), e sua coloração vai do branco, creme, laranja e rosa (SILVA, A.C. *et al.*, 2001; ASIL, M.B. *et al.*, 2022). Depois da argila caulinítica ser moída e aquecida em temperaturas entre 550 °C e 850 °C, ela sofre a perda de moléculas de água, atingindo um estado amorfo com alta reatividade. Nessa situação, a argila passa ser denominada, de forma genérica, metacaulim. Em temperaturas de 850 °C ou 900 °C, ou superiores, a argila sofre uma mudança e sua estrutura molecular passa a formar mulita (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>) sem reatividade (AMRAN, M. *et al.*, 2021; KHATER, H.M. *et al.*, 2022).

A composição química e a quantidade de óxidos presentes na argila caulinítica calcinada têm normalmente a seguinte composição: sílica (SiO<sub>2</sub>) varia entre 40-55% e alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) varia entre 30-40%, ou seja, juntas normalmente ultrapassam 80% da composição total. Entre os

materiais pozolânicos, em geral o metacaulim é o mais reativo (WENG, T.L. *et al.*, 2013; ASSI, L.N. *et al.*, 2020).

A produção de metacaulim é de 37 milhões de toneladas/ano, e existe uma reserva de 13 bilhões de toneladas de metacaulim, estando o Brasil entre os seis países que detêm essas reservas. Com base na produção anual de metacaulim, seria possível substituir cerca de 1,4% do cimento no mundo pelo "cimento geopolimérico" utilizando como precursor o metacaulim. E, fazendo uso de todas as reservas no mundo, elas poderiam substituir o cimento Portland por um período de aproximadamente 7 anos (ASSI, L.N. *et al.*, 2020).

Apesar da menor pureza da argila caulinítica, é possível produzir um metacaulim de ótima qualidade. Isso se somaria à capacidade de substituir o cimento Portland, tendo em vista que as argilas são muito abundantes na crosta terrestre (OLIVEIRA, V.M. *et al.*, 2021).

A reação entre o caulim *in natura* para o metacaulim é esquematizada na Figura 5. Algumas referências apresentam a temperatura de queima do caulim para o metacaulim entre 600 °C a 900 °C, outros entre 550 °C a 850 °C. Isso dependerá do equipamento de calcinação, do grau de moagem da argila, do grau de pureza, da rampa de aquecimento e do volume a ser calcinado. Entre 700 °C e 800 °C, há uma perda de massa na ordem de ~14% (BOCA SANTA, R.A.A., 2012; AMRAN, M. *et al.*, 2021).



Figura 5: Esquema da transformação da caulinita para metacaulinita. Fonte: O autor.

## **3.4 PRINCIPAIS ATIVADORES**

Podem existir diversas fontes de ativadores, e aquelas que são provenientes de resíduos se tornam atraentes por reduzir o impacto ambiental. Em geral, materiais alcalinos no estado aquoso são atraentes para que ocorram as reações. Pode-se destacar os óxidos de lítio, sódio, potássio e o cálcio. Comumente, as soluções ativadoras são constituídas de metais alcalinos e alcalinos terrosos (famílias IA e IIA). Outros materiais menos comuns que podem ser fontes de ativadores são o magnésio (Mg), o bário (Ba) e a amônia (NH<sub>4</sub>OH) (BOCA SANTA, R.A.A., 2012).

Entre os ativadores mais comuns está o hidróxido de sódio, que normalmente é comercializado no estado sólido em pérolas de 2 a 3 mm e precisa ser dissolvido em certa quantidade de água para formar uma solução. Esse composto possui um custo reduzido e é fácil de preparar. O silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) é empregado principalmente em solução, mas pode ser adquirido na forma sólida

e, normalmente, é previamente misturado com água destilada. No entanto, pode ser misturado com o NaOH no estado sólido e, posteriormente, serem ambos misturados com água (SANTOS, I.D.S. dos. *et al.*, 2023). Tem ainda como alternativas o hidróxido de potássio (KOH), em solução ou em pérolas, e o silicato de potássio (K<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) em solução, porém ambos com um custo mais elevado.

Diversos autores lembram que é possível utilizar apenas um ativador (monoativador). No entanto, na maioria dos casos, faz-se uso de dois ativadores (ou mais), sendo comum a utilização de um hidróxido e um silicato (biativadores) (ASSI, L.N. *et al.*, 2020; MURALEEDHARAN, M. *et al.*, 2021).

Entre as vantagens de ter os ativadores em pó está o menor custo do transporte. Os concretos geopoliméricos precisam ter um transporte diferenciado – até mesmo em um caminhão especial –, já que os materiais alcalinos apresentam propriedades corrosivas. O transporte de ativadores no estado sólido é mais seguro em caso de ocorrer acidente (NEUPANE, K., 2016; ASSI, L.N. *et al.*, 2020; GERALDO, R.H. *et al.*,2023).

Portanto, diversos fatores podem nortear a escolha de um ativador, entre eles: a) facilidade e disponibilidade; b) custo do ativador; c) sua relação estequiométrica com o precursor e sua cinética química; d) impacto ambiental na sua produção e transporte (LONGHI, M.A., 2015; LONGHI, M.A. *et. al.*, 2019; SANTANA, H.A. *et. al.*, 2020). Segundo Singh (2020), a ordem de ativadores que proporcionam as melhores resistências à compressão, levando em consideração concentrações iguais, é: Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> > NaOH > NaOH + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> > KOH.

### 3.4.1 Hidróxido de sódio

O hidróxido de sódio, também chamado de soda cáustica, é o ativador mais empregado na produção de geopolímeros ou cimentos álcali-ativados graças ao seu baixo custo e a sua facilidade de compra. A reação com a água é exotérmica, liberando grande energia em forma de calor. Estudos indicam que, quando se utiliza apenas o hidróxido de sódio, a resistência à compressão é menor, mas que é possível aumentá-la quando se utilizam dois ativadores combinados (biativadores). O motivo de não atingir grandes resistências decorre de sua limitação no processo de polimerização, já que não há a formação de grandes cadeias poliméricas. Dito de outra forma, o NaOH não é fonte de silicatos, assim ele não complementa ou aumenta o módulo sílica (SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O) – razão indicadora para o aumento de resistência à compressão. Ao contrário, o NaOH vai diminuir essa razão.

O consumo de NaOH pode variar em função do precursor e da própria resistência mecânica que se deseja alcançar, mas, normalmente, a concentração é na ordem de 6 a 18 mol (MURALEEDHARAN, M. *et al.*, 2021; KHATER, H.M. *et al.*, 2022; YOUNIS, K.H., 2022).

## 3.4.2 Silicato de sódio

O silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) é conhecido como vidro líquido ou água de vidro, sendo comercializado na forma líquida e na forma sólida. Trata-se de um material altamente solúvel e, ao mesmo tempo, com alta viscosidade (LONGHI, M.A., 2015, 2019b; ASSI, L.N. *et al.*, 2020; YOUNIS, K.H., 2022).

Estima-se que para cada m<sup>3</sup> de concreto geopolimérico ou álcali-ativado o consumo de silicato de sódio é na ordem de 103 kg. O uso do silicato de sódio aumenta a resistência à compressão no mínimo em 40%. Isso ocorre porque os silicatos são ricos em sílica e, no processo de dissolução e lixiviação, eles reagem com os precursores aumentando as cadeias poliméricas. Ao mesmo tempo, aumentam o módulo sílica (SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O) (ZHANG, H.Y. *et al.*, 2021; SABA, M., 2021).

A mistura de NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> atua de modo complementar. Como dito anteriormente, o NaOH atua principalmente na dissolução dos íons Si<sup>4+</sup>/Al<sup>3+</sup> dos precursores. Já o Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> promove o processo de condensação durante a geopolimerização, atuando como aglutinante (AZEVEDO, A.R.G. *et al.*, 2020b).

#### 3.4.3 Sílica ativa como ativador

Embora a sílica normalmente seja referida como um precursor, ela também pode atuar como um ativador. Esse material é misturado previamente em uma solução de NaOH ou KOH e, após, basta misturá-la diretamente com o precursor (ASSI, L.N. *et al.*, 2018; ASSI, L.N. *et al.*, 2020).

## 3.5 MECANISMOS DE POLIMERIZAÇÃO

A produção de um cimento geopolimérico, do ponto de vista macro, ocorre com a mistura de um precursor (sólido) e de um ativador (fluído), que vão reagir formando novas fases, cujo processo denomina-se polimerização ou sintetização. O ativador ataca quimicamente o precursor quebrando as moléculas e, ao mesmo tempo, gerando novas estruturas. O ataque do ativador no precursor é denominado lixiviação.

Em razão de os aluminossilicatos encontrarem-se no estado amorfo, eles são muito reativos. Ao entrarem em contato com o ativador, a sílica (SiO<sub>2</sub>) e a alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) presentes como silicatos/aluminatos nos precursores sofrem a lixiviação e se desagregam em pequenas unidades, denominadas monômeros. Na sequência, essas pequenas unidades se rearranjam e vão formar uma série de cadeias, dessa vez entre o silício (Si), o alumínio (Al) e o oxigênio (O). Davidovits, em 1976, identificou três cadeias que se formam entre a sílica, a alumina e o oxigênio, denominando-as de acordo com suas características (AMRAN, M. *et al.*, 2021; FERREIRA, W.M. *et al.*, 2022). Davidovits chamou esse processo de geossíntese em razão de o processo envolver a formação de
rochas a uma temperatura inferior a 100 °C. Esse fenômeno já havia sido observado na natureza nos minerais zeolíticos, que se encontram em rochas formadas por aluminossilicatos e com alto índice de porosidade aberta e que, ao serem aquecidas, liberam vapor d'água. As cadeias que se formam no processo de geossíntese são organizadas, alternando-se entre os átomos de silício (Si) e de alumínio (Al) em coordenação tetraédrica, tendo átomos de oxigênio em cada uma dessas estruturas. O processo de geossíntese proposto por Davidovits envolvia as fases de dissolução, orientação e condensação (YE, N. *et al.*, 2016; ALBEGMPRLI, H.M. *et al.*, 2022).

As cadeias que se formavam foram classificadas em três formas distintas, diferenciando-se conforme a razão entre Si/Al. Para razão Si/Al = 1, denominou-se polissialato (-Si-O-Al-O-); para razão Si/Al = 2, denominou-se polissialato-siloxo (-Si-O-Al-O-Si-O-); e para razão Si/Al = 3, denominou-se polissialato-dissiloxo (-Si-O-Al-O-Si-O-). A Tabela 1 sintetiza essa relação, e a Figura 6 representa essa estrutura proposta por Davidovits (2002).

Tabela 1: Cadeias geopoliméricas e a sua razão molar									
Nomenclatura	Monômero	Razão Si/Al							
Poli (sialato)	(-Si-O-Al-O-)	1:1							
Poli (sialato-siloxo)	(-Si-O-Al-O-Si-O-)	1:2							
Poli (sialato-dissiloxo)	(-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-)	1:3							



Figura 6: Esquema das cadeias geopoliméricas. Fonte: Davidovits (2002). Adaptado.

A combinação entre monômeros e a formação das cadeias em geopolímeros é similar às zeólitas do ponto de vista estrutural, já que esses são minerais cristalinos naturais, compostos de aluminossilicatos hidratados, formados ao longo do tempo por milhares de anos e em ambiente aquoso e alcalino. É claro que o geopolímero está em um estado amorfo e é formado em pouco tempo, cerca de minutos ou horas, e apenas com a quantidade de água necessária para sua reação de formação (VASSALO, E.A.S., 2013; BRITO, W.S., 2018).

Embora Davidovits tenha apresentado as estruturas que se formam no processo de geopolimeração, todo o processo nunca foi compreendido plenamente. Glukhovsky propôs que esse processo ocorre em três fases, e Duxson (2006) renomeou essas três fases em: (I) destruição-coagulação; (II) coagulação-condensação; e (III) condensação-cristalização (DUXSON, P. *et al.*, 2007; YANGUANG, W. *et al.*, 2019; MABROUM, S. *et al.*, 2020). Outros pesquisadores dividiram esse processo em quatro fases distintas, a saber: (I) lixiviação; (II) difusão; (III) condensação; e (IV) endurecimento. Ou propuseram ainda outras rotas de geopolimerização buscando inclusive se assemelhar às fases do cimento Portland (XU, H. *et al.*, 2002; SINGH, N.B. *et al.*, 2020; RIBEIRO, D.V. *et al.*, 2021). A seguir, tem-se uma breve descrição de cada etapa, de acordo com o proposto por Duxson:

I) Destruição-coagulação. Ocorre uma reação exotérmica e os íons OH<sup>-</sup> provenientes do ativador dissolvem e desagregam as estruturas em monômeros, o que libera estruturas tetraédricas de Si – OH e Al – OH. Nessa fase, um ambiente aquoso ou a presença de moléculas de H<sub>2</sub>O é fundamental para a dissolução dessa estrutura para que as reações ocorram. Após a secagem, as moléculas de água vão saindo do sistema e, ao mesmo tempo, dando lugar aos monômeros, aproximando-os molecularmente. Nessa ocasião, há um equilíbrio das espécies, pois a água provê o meio fluído para ser alcançado o equilíbrio entre as estruturas. Após essa etapa, a água não é mais necessária, não fazendo mais parte da estrutura (AMRAN, M. *et al.*,2021).

II) Coagulação-condensação, também chamada de gelificação, organização e nucleação. Esse conjunto de "movimentos dos monômeros" torna-se complexo, e as estruturas emaranhadas em um gel passam a coagular e a se reorganizar em núcleos ou unidades complexas. Essa reorganização ocorre de acordo com as cargas dos íons. Essa fase termina quando as moléculas de H<sub>2</sub>O não fazem mais parte do sistema e os monômeros estão formados.

III) Condensação-cristalização. Com a saída das moléculas de água, há uma condensação e o material entra em estado plenamente sólido, adquirindo resistência mecânica. A estrutura tridimensional formada é similar às estruturas das zeólitas tobermoritas. A Figura 7 apresenta a estrutura que se forma utilizando o NaOH em um material caulinítico. A Figura 8 apresenta as estruturas que se formam baseadas nos estudos de Glukhovsky e, mais tarde, exemplificadas por Duxson (RODRIGUES, T.M.C.G., 2014; RIBEIRO, D.V., *et al.*, 2021).



Figura 7: Estrutura formada utilizando o NaOH em um material caulinítico. Fonte: Teixeira (2004).



Figura 8: Fases de policondensação geopolimérica. Fonte: Duxson (2007). Adaptado.

# **3.6 ESTEQUIOMETRIA E RAZÕES MOLARES**

As cadeias poliméricas explicadas por Davidovits receberam a nomenclatura de "polissialatos", desejando descrever *poli* = vários e *sialato* = abreviação dos elementos silício-oxigênio-alumínio. Como já visto, a formação desse gel depende da razão molar e da estequiometria, podendo formar os três tipos de cadeias de tetraedros constituídos de SiO<sub>4</sub> e AlO<sub>4</sub>. As proporções entre as cadeias

de tetraedos formados levam a uma fórmula empírica próxima a das zeólitas, que, por sua vez, leva a determinadas razões molares e, até mesmo, à comparação com diversos resultados experimentais, como de resistência mecânica. A Figura 9 apresenta a expressão de interdependência entre os materiais e as ligações formadas:

# $Mn[(SiO_2)z . AlO_2 ]n. wH_2O$

Figura 9: Expressão de interdependência entre os precursores e ativadores.

Os parâmetros da expressão significam: **M** trata-se de cátions (Na; K; Li; e Ca), a depender do material utilizado (precursor/precursores) – normalmente em razão próximo de "1"; **n** refere-se ao grau de policondensação, variando entre 2 e 6; **z** é estabelecido entre 1, 2 ou 3 (a variação de **z** automaticamente causa uma variação na razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); **w** refere-se à quantidade de moléculas de água que se formarão, fruto da quantidade das demais moléculas – normalmente próximo de 7.

As relações entre Si/Al devem ser superiores a 1, ou seja, uma maior quantidade de silício. Pela regra de *Lowenstein*, a ligação entre Al-O-Al não é possível devido à repulsão eletrostática, mostrando que essa relação precisa ser maior entre o silício e o alumínio (PROVIS, J. L. *et al.*, 2014; AZEVEDO, A.G. *et al.*, 2017a; BOCA SANTA, R.A.A. *et al.*, 2021).

O gel formado entre os precursores e ativadores que não possuem cálcio ou em quantidades reduzidas desse elemento formará um gel denominado (M)-A-S-H, em que M dependerá da fonte de ativador. Caso a fonte seja sódio, o gel formado será N-A-S-H. Caso seja o potássio, o gel formado será K-A-S-H. O lítio formará Li-A-S-H. Visto que a água não faz parte da estrutura efetivamente, essa estrutura pode ser escrita excluindo-a, ou deixando-a entre parênteses M-A-S-(H) (PROVIS, J. L. *et al.*, 2014). Essas estruturas podem ser formadas por cinza volante, metacaulim ou argila calcinada.

Quando há precursores ricos em cálcio, como a escória de alto forno, a formação desse gel será análoga à do cimento, porém com a participação do alumínio, e formará os géis C- (A) -S-H (sílico aluminato de cálcio) e, em menor quantidade, novamente o N- (A) -S-H (sílico aluminato de sódio) (YIP, C.K. *et al.*, 2005; SULTAN, M.E. *et al*; 2018; HASSAN, A. *et al.*, 2019).

As razões estequiométricas são utilizadas, entre outras funções, para caracterizar e relacionar os resultados obtidos, como a resistência à compressão. Porém, essas razões não são os únicos fatores que norteiam os resultados para se alcançar a resistência desejada. Soma-se a isso, a cinética química, ou seja, a sílica proveniente do ativador não necessariamente terá os mesmos efeitos que

a proveniente do precursor, ainda que suas razões molares se mantenham constantes (ALBIDAH, A.S., 2021; AMRAN, M. *et al.*, 2021).

# 3.6.1 Valores de razão molar

As proporções de sódio (Na<sub>2</sub>O), sílica (SiO<sub>2</sub>) e alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) governam as reações na geopolimerização, de maneira que as razões molares podem ser relacionadas com resultados de ensaios práticos. Por exemplo, Duxson (2006) relacionou a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com a resistência ao fogo e a resistência mecânica. Em 1982, Davidovits propôs parâmetros estequiométricos de controle entre as razões molares, visando melhorar a resistência e a eficiência dos cimentos geopoliméricos (RIBEIRO, D.V. *et. al.*, 2021; DAVIDOVITS, J., 1982).

O módulo sílica, razão entre SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O, passou a ser utilizado como parâmetro para verificar o tipo de cadeia geopolimérica que é formada – polissialato, polissialato-siloxo e polissialatodissiloxo – e também como indicador de maiores resistências à compressão (FERNANDEZ-JIMENEZ R. *et al.*, 2011; LONGHI, M.A., 2015). Foi identificada como melhor resultado a razão Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> próximo de 1. Mas, quando a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> está entre 1 e 5, pode haver um desperdício e redução de eficiência (DUXSON, P. *et al.*, 2007). É possível encontrar parâmetros superiores aos já estabelecidos como, por exemplo, a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> corrigida por Davidovits (2002), a qual passou a estar entre 5,5-6,5.

Houve pesquisadores que modificaram esses parâmetros de acordo com o precursor, reafirmando ou ajustando os parâmetros encontrados por Davidovits (1982). Esse foi o caso de Teixeira (2004), que trouxe parâmetros aplicados somente aos ativadores, ou somente para precursores, e especificamente para argilas cauliníticas e para o metacaulim. Para Lyu (2013) e outros pesquisadores, as três razões que governam a microestrutura dos geopolímeros são as razões: SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; e H<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O (XU, H. *et al.*, 2002; HEAH, C.Y. *et al.*, 2012). A Tabela 2 apresenta esses parâmetros encontrados na bibliografia.

Tabela 2: Razoes molares de referencia propostas por alguns autores										
Proposto por	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub> /Na <sub>2</sub> O					
DAVIDOVITS, 1982	3,5-4,5	0,20-0,28	0,8-1,2	10,0-25,0						
DUXSON, 2007	1,0-5,0		1							
TEIXEIRA P., 2004	3,3-4,5	0,20-0,48 [1]	0,8-1,6 [1]	10,0-25,0	1,85 <b>[2]</b>					
AQUINO, 2001	1,2-2,5									
TEMUUJIN, 2009	1,5-2,0									

 Cabela 2: Razões molares de referência propostas por alguns autores

[1] Em relação ao precursor. [2] Em relação ao ativador.

# 3.7 PROPRIEDADES E VANTAGENS DO CIMENTO GEOPOLIMÉRICO

Entende-se por "cimento geopolimérico" o aglutinante composto pelo ativador e pelo precursor, sem necessariamente ter sofrido a mistura entre os componentes. Quando ocorre a mistura entre esses dois materiais, tem-se a pasta (PST); ao se adicionar a areia, tem-se a argamassa geopolimérica (AG); e, por último, ao se adicionar o agregado graúdo, tem-se o concreto geopolimérico. Esse último pode ser concreto geopolimérico normal (CGN) ou leve (CGL), a depender do agregado utilizado.

# 3.7.1 Resistência ao fogo

Historicamente, em virtude de alguns incêndios na França na década de 1970, Davidovits iniciou pesquisas voltadas para a descoberta de um cimento alternativo, desenvolvendo o geopolímero. Assim, a primeira propriedade que o cimento geopolimérico apresenta é a resistência ao fogo. Porém, o resultado apresentado sobre a resistência ao fogo dependerá da fonte de aluminossilicato utilizada e de fatores como o traço e a matéria-prima utilizada (GARCIA-LODEIRO, I. *et al.*, 2014; HASSAN, A. *et al.*, 2019; TRINDADE, A.C.C. *et al.*, 2022).

A propriedade de resistência ao fogo é determinante para o uso na construção civil, pois poucos minutos de incêndio podem gerar temperaturas de ~1000 °C e levar ao colapso uma estrutura (PAYAKANITI, P. *et al.*, 2020; SOARES, J.C. *et al.*, 2022). Zakka (2021) explica que até 1000 °C o geopolímero apresenta uma boa estabilidade dimensional. Já a resistência mecânica frente a altas temperaturas é baseada em norma específica e deve levar em conta alguns parâmetros, como a taxa de aquecimento, a temperatura e o tempo exposto à determinada temperatura.

Ao se comparar os materiais geopoliméricos e materiais cimentícios, Zakka (2021) cita que geopolímeros apresentam vantagem quando comparados com o cimento Portland em altas temperaturas (HASSAN, A. *et al.*, 2020). A pasta de cimento Portland na temperatura próximo a 300 °C sofre uma retração devido ao distanciamento das moléculas de água, enquanto os agregados expandem; essas forças contraditórias levam a tensões internas, provocando as primeiras fissuras. Em temperaturas mais elevadas, ocorrem diversas transformações físico-químicas: por volta de 450 °C a 550 °C, a portlandita se decompõe [Ca (OH)<sub>2</sub>]; a 575 °C, o quartzo presente na areia se expande, provocando trincas que podem levar uma estrutura ao colapso; e entre 800 °C e 900 °C, ocorre a decomposição de agregados calcários (BERTOLINI, L., 2017). Para Rickard (2016), três fatores levarão o concreto geopolimérico a perder sua resistência frente a um incêndio ou a altas temperaturas: (i) coeficiente de expansão do agregado; (ii) grau de retração da pasta; e (iii)

capacidade da pasta ou matriz de acomodar esse gradiente de tensão. Isso também é citado por Bertolini (2017) e Kong (2010).

Aguilar (2010) estudou o comportamento do cimentante geopolimérico com traços envolvendo argila, cinza volante e escória de alto forno expostos a altas temperaturas (temperatura ambiente; 400 °C; 700 °C; e 900 °C). Os resultados indicam que, para determinada taxa de aquecimento e na temperatura de 900 °C, determinado traço variou de  $\sim$ 34 MPa para uma resistência residual de 12 MPa, e um segundo traço variou de  $\sim$  22 MPa para uma resistência residual de 14 MPa, ou seja, uma redução de  $\sim$  64% e 36%, respectivamente, a depender do traço.

Outro estudo realizado por Abdulkareem *et al.* (2014) com PST, AG e CGL nas temperaturas de 70 °C, 400 °C, 600 °C e 800 °C mostra que a maior taxa de perda de RM em função do calor ocorre na pasta, seguida da AG. O concreto leve é o material que teve a menor taxa de perda da RM em altas temperaturas. O CGL perdeu apenas 39% quando a temperatura variou de 70 °C a 800 °C, ao passo que a pasta não apresentou nem a RM mínima. Segundo o autor, isso se deu devido ao excesso de água presente no ativador. Estudos com o metacaulim com RM inicial de 37 MPa mostraram que, após o aquecimento a 200 °C, 400 °C, 600 °C e 800 °C, as resistências à compressão foram próximo de 10, 5, 6 e 5 MPa, respectivamente (KHATER, H.M. *et al.*, 2022).

# 3.7.2 Resistência à compressão e resistência precoce

Uma das grandes vantagens que o geopolímero apresenta é a RM alcançada nas primeiras horas e nos primeiros dias de cura – quando comparada com o concreto à base de cimento Portland. Esse tempo é chamado de "idade precoce". Essa propriedade pode ser determinante em situações em que a estrutura precisa ser construída ou reformada e entrar em serviço em poucas horas ou dias. Estudos indicam que o cimento geopolimérico pode atingir RM superiores a 30 MPa após 24 horas (LYU, S-J. *et al.*, 2013). Quanto à idade de RM do geopolímero, alguns autores indicam que sua resistência máxima não precisa esperar 28 dias, como ocorre com o concreto à base de cimento Portland. Os geopolímeros podem atingir mais de 85% da resistência à compressão em 48 horas e sua resistência máxima em 3 a 7 dias (ABAL BAKRI, M.M. *et al.*, 2011). Zhang (2021) apresentou uma argamassa geopolimérica nas idades de 7 e 28 dias com as resistências de 49,2 MPa e 50,4 MPa, respectivamente, ou seja, em apenas 7 dias a AG atingiu 97% de sua resistência máxima.

Aguilar (2010) afirma que um cimento geopolimérico desenvolvido atingiu RM superior a 100 MPa após 28 dias, tendo sido curado a 20 °C. Já Rowles (2003) mostrou que uma RM de 62 a 66 MPa pode ser alcançada com uma cura térmica entre 60-75 °C em apenas 24 horas.

Na literatura, pode-se encontrar uma gama de RMs alcançadas em testes que variavam as razões molares, o tipo de ativador e precursor, o traço, a temperatura e o tempo de cura envolvendo PST, AG e CGN. A Tabela 3 apresenta alguns desses resultados, tendo sido utilizado o biativador hidróxido de sódio com silicato de sódio, nas mais diversas concentrações, e sendo a resistência à compressão medida na idade de 7 dias.

Tabela 3: Resistência à compressão. Idade de 7 dias com biativador NaOH: Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>										
Referência	Ano	Precursor	Temp.	RM						
			°C	MPa						
LE, LI <i>et al</i> .	2020	AC+CP	20	27,5						
CORTES, PEDRO P. et al.	2020	MK+CC	60	11,8						
SABA, M. et al.	2021	MK	25	15,6						
ZHANG, HAI-YAN et al.	2021	CV+MK	20	49,2						
SAHIN, FURKAN et al.	2021	MK+EAF	60	32,0						
FERREIRA, WESLEY M. et al.	2022	CDVS+MK	80	27,8						
TRINDADE, ANA C.C. et al.	2022	MK	22	32,9						
KHATER, H.M. et al.	2022	MK+SA	24	34,2						
GERALDO, RODRIGO H. et al.	2023	CCA+MK	25	25,6						
KIRAN, KUMAR N.L.N. et al.	2023	CV	27	19,3						

AC = argila; CP = cimento Portland; MK = metacaulim; CC = calcário em pó; CV = cinza volante; EAF = escória de alto forno; CDVS = cinzas diversas; CCA = cinza de casca de arroz; SA = sílica ativa.

# 3.7.3 Resistência à corrosão química

A durabilidade pode ser definida como a capacidade de o material manter suas propriedades ao longo do tempo. Os concretos armados podem diminuir a sua durabilidade por sofrer ataque químico em ambientes corrosivos que envolvem água e produtos químicos ricos em sulfatos (exemplo: sulfato de magnésio - MgSO<sub>4</sub>), ácidos (exemplo: ácido sulfúrico - H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) e cloretos (exemplo: cloreto de cálcio - CaCl<sub>2</sub> (ZHANG, W. *et al.*, 2018; ZHANG, H.Y. *et al.*, 2021).

Gunasekara (2017) verificou que o concreto geopolimérico com aço apresentou uma taxa de corrosão reduzida quando comparado com o concreto Portland. Foi identificado que geopolímeros com menor porosidade e baixos teores de cálcio apresentaram maior resistência à corrosão química.

A concentração do ácido e o tempo de exposição sobre o cimento geopolimérico estão diretamente relacionados à sua durabilidade (SINGH, N.B. *et al.*, 2020). Mehta (2017) verificou que, até 2% de ácido sulfúrico, a pasta geopolimérica ainda se mantém estável. Além disso, foi constatado que uma pasta geopolimérica exposta à ácido sulfúrico e à temperatura de até 220 °C não sofreu deterioração (HASHIMOTO, S. *et al.*, 2017). Outros pesquisadores atestam a excelente resistência à corrosão química que os geopolímeros apresentam (BAKHAREV, T., 2005; LLOYD, R.R. *et al.*, 2012; BERNAL, S.A. *et al.*,2014).

# 3.7.4 Condutividade térmica

De modo geral, o cimento geopolimérico possui uma baixa condutividade térmica (CdT°), o que se traduz em um bom isolante térmico, proporcionando ambientes confortáveis e em boas condições de habitabilidade (NBR 15575; ABNT, 2013; SULTAN, M.E. *et al.*, 2018). A propriedade da condutividade está diretamente relacionada com a densidade do material e dos tipos de materiais utilizados. Agregados leves misturados com cimento geopolimérico proporcionam uma menor condutividade térmica, levando a uma argamassa de menor densidade e a um concreto leve. Essa mistura, porém, quase sempre levará a uma menor resistência à compressão. Chindaprasirt (2022) citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), alega que a condutividade térmica dos materiais é afetada por vários fatores, incluindo densidade, porosidade, teor de umidade, proporções da mistura, condições de cura, entre outras.

Aguilar (2010) apresentou uma CdT° de 1,65 a 0,47 W/mK para concretos geopoliméricos com massa específica entre 1800 e 600 kg/m<sup>3</sup>. Para argamassas geopoliméricas expansivas com massa específica ~270 kg/m<sup>3</sup>, o autor reportou uma CdT° de 0,067 W/mK. Outros estudos revelaram que geopolímeros tendo precursores de cinza volante apresentaram uma variação da CdT° de 0,13 a 0,62 W/mK à medida que aumentava o teor de cinza volante (ASIL, M.B. *et al.*, 2022). Concretos geopoliméricos com densidade ~1675 kg/m<sup>3</sup> e ~2275 kg/m<sup>3</sup> apresentaram uma condutividade térmica de 0,45 e 1,58 W/mK, respectivamente (WONGSA, A. *et al.*, 2016).

# **3.8 CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE**

# **3.8.1** Classificação conforme as normas e as propostas dos autores

O conceito de concreto leve pode variar de um país para o outro. No Brasil, não há uma norma que trata de concretos geopoliméricos, muito menos de concreto geopolimérico leve, estando esse concreto no campo ainda da pesquisa. Nas normas referentes ao concreto à base de cimento Portland, encontram-se algumas orientações que podem ser utilizadas para o entendimento de um concreto geopolimérico leve. A NBR 8953 (ABNT, 2015) define concreto leve (CL) como "concreto que possui massa específica seca inferior a 2000 kg/m<sup>3</sup>". Não fazendo qualquer outro tipo de exigência, a referida norma estabelece ainda que "um concreto é estrutural quando sua resistência à compressão axial é igual ou superior a 20 MPa na idade de 28 dias, sendo classificado como Grupo I".

Outras normas, como a Norma Mercosul CMN NM 35/95, faz uma gradação entre a RM e sua densidade. A Tabela 4 exemplifica esse conceito. Há ainda outras normas, como ASTM C 330-05, ASTM C 331-05 e ASTM C 332-07, que possuem critérios similares.

Resistência à Compressão (MPa)	Massa específica Aparente (kg/m³)
17	1680
21	1760
28	1840

Tabela 4: Classificação do concreto leve utilizando AAE: CMN NM 35/95

# 3.8.2 Tipos de concreto geopolimérico leve

A diminuição da densidade de um concreto, tornando-o leve, se dá pela introdução de ar ou vazios no concreto, de maneira que um conjunto de técnicas leva aos mais diversos tipos de concreto leve. O CL pode ser classificado segundo o método de produção, sendo divido em três métodos diferentes (PRIYANKA, M. *et al.*, 2020):

a. Concreto sem finos: essa técnica envolve a retirada ou diminuição significativa do agregado miúdo (areia), o que deixa o concreto com um grande índice de vazios. Esse concreto é muito utilizado para enchimentos e isolamento termoacústico e pode ser utilizado na confecção de tijolos e artefatos de concreto leve (NEVILLE, A.M. *et al.*, 2013; CLAISSE, P.A., 2019).

b. Concreto aerado: esse concreto é também chamado de espumoso ou celular. Através de produtos químicos, como pó de alumínio metálico, ocorre uma reação do material com o hidróxido alcalino ou com o hidróxido de cálcio, liberando H<sub>2</sub>. Após as reações, as bolhas de ar ficam presas na pasta ou argamassa, formando poros de ~3 mm, promovendo uma maior leveza ao concreto (AGUILAR, R.A. *et al.*, 2010; CHINDAPRASIRT, P. *et al.*, 2022)

c. Concreto com agregados leves: trata-se da substituição dos agregados com densidade superior a 2,6 kg/dm<sup>3</sup>, normalmente a brita, por outro mais leve. Além disso, há diversas normas que estabelecem uma massa específica para que o agregado seja considerado leve. Como exemplo, a CMN NM 35/95 estabelece que o agregado de argila expandida deve ter MAp  $\leq$  1,12 kg/dm<sup>3</sup>. Outras fontes estabelecem esses mesmos critérios ou valores aproximados (ZHUANG, X.A. *et al.*, 2016; ASTM C 330-5; BS EN 13055-1).

Os agregados podem ainda ser naturais ou artificiais. São agregados naturais as pedraspomes, as cinzas vulcânicas e os tufos. Os principais agregados artificias são aqueles que passam por um processo industrial, como o aquecimento, e entre esses estão a argila expandida, a ardósia expandida, a escória expandida de alto forno, a perlita e a vermiculita. (MEHTA, P.K. *et al.*, 2008; KUMAR, P.S. *et al.*, 2010; NEVILLE A.M. *et al.*, 2013).

# 3.8.3 Aplicação do concreto geopolimérico leve e estrutural

É possível relacionar a aplicação do CGL com sua RM e ainda com o agregado que está sendo utilizado para promover a leveza, ou melhor, para diminuir a massa específica. Neville (2013)

estabelece três aplicações principais para concretos leves à base de cimento Portland, essa classificação pode ser aplicada aos CGL. As três aplicações são: (I) isolamento térmico; (II) não estrutural; e (III) estrutural. Em função dessa aplicação será produzido três tipos de concreto com características distintas apresentado na Tabela 5.

Os concretos termoacústicos podem ser utilizados também para enchimento. Os concretos não estruturais, apesar de levarem esse nome, podem ser utilizados em artefatos estruturais, desde que obedeçam aos critérios das normas. Como exemplo, a NBR 6136 (ABNT, 2014) estabelece a resistência mínima de 6,0 MPa para blocos estruturais; esses concretos possuem uma resistência moderada. Hassan (2019) lembra que a norma ASTM C129-17 estabelece a resistência mínima de 4,14 MPa para unidades de alvenaria (blocos ou tijolos), mostrando o potencial do seu uso.

A Tabela 5 apresenta a aplicação de acordo com a resistência mecânica (RM) e a massa específica (ME), segundo os apontamentos de Neville (2016) para concreto leve à base de cimento Portland, os quais poderiam ser aplicados ao CGL.

Tabela 5: Classificação de concreto leve (CL). Fonte: Neville (2016). Adaptado pelo autor.										
Aplicação	<b>Concreto leve</b>	RM	ME	FE						
	(Característica)	(MPa)	kg/dm³	(RM/ME)						
I-Isolamento térmico	Baixa massa específica	I < 7*	$0,3 \ge I < 0,8$	FE <8						
II-Não estrutural	Resistência moderada	$7 \ge II < 17$	$0,8 \ge II < 1,6$	$8 \ge FE < 10$						
III-Estrutural	Estrutural	$III \ge 17$	$1,6 \ge III \le 2,0$	$10 \ge FE < 25$						
4 1 7 7 1	(T) / 1 *	· ~ 1 T								

\* A RM para concreto (I) é baixa ou não especificada. FE = MPa dm<sup>3</sup>/kg

Os concretos normais (ME> 2,0 kg/dm<sup>3</sup>) à base de cimento Portland ou geopoliméricos podem apresentar uma desvantagem quando comparados aos concretos leves (ME $\leq$  2,0 kg/dm<sup>3</sup>). O fator de eficiência (FE) é a razão entre resistência à compressão e massa específica, e pode servir de indicador para determinar até que ponto é vantajoso utilizar um concreto normal ou o concreto leve, seja esse concreto à base de cimento Portland ou geopolimérico. Afinal, concretos normais têm a desvantagem de ter um elevado peso próprio ou "peso morto", ou seja, a estrutura dimensionada com o concreto normal precisa suportar, antes de tudo, muito mais o seu próprio peso do que as sobrecargas (PRIYANKA, M. *et al.*, 2020; PASUPATHY, K. *et al.*, 2020; ROSSIGNOLO, 2009).

Entre as aplicações de CGL com aplicação estrutural (III) está a construção de edifícios e, particularmente, as estruturas que compõem o tabuleiro de pontes (SWAMY, R.N. *et al.*, 1993; ABDULKAREEM, O.A. *et al.*, 2014; YOU, W. *et al.*, 2022). Além do mais, seu uso pode ser direcionado para lajes e estruturas pré-moldadas de grande vulto. Estudos apontam que CGL em

lajes, vigas e pilares traz uma economia global significativa (HOLM, T. *et al.*, 2007; MOUSA, A. *et al.*, 2018).

# 3.8.3.1 Resistência à compressão do concreto geopolimérico leve

A Tabela 6 apresenta um levantamento de trabalhos realizados com o CGL no período de 2007 a 2023, mostrando os agregados utilizados, os percursores, a RM e o FE. O ativador, em todas as referências, foi uma mistura entre hidróxido de sódio e silicato de sódio nas mais diversas concentrações e metodologias.

Tipe de	Drooursor	Tomn	DM	ME	<u>.</u> FF	Doforância	Ano
n npo uo	1 I ecui soi		NIVI MDo	IVIL kg/dm <sup>3</sup>	FE MDo dm³/ka	Kelefencia	Allo
agregauo				Kg/ulli	WIF a.ulii / Kg		2010
AAE	EAF	25	19,7	1,63	12,09	YANG, K. H. et al.	2010
AAE	$\mathrm{CV}$	70	18,2	1,44	12,64	ABDULKAREEM, O. A.	2014
AAE	CV	23	17,6	1,36	12,94	RICKARD, W.D.A. et al.	2016
AAE	CV+EAF	23	14,4	1,38	10,43	HASSAN, A. et al.	2019
AAE	CV	65	7,2	1,72	4,19	WANG, Y. et al.	2020
AAE	CV	22	26,6	1,55	17,16	PRIYANKA, M. et al.	2020
AAE	CV	22	41,37	1,98	20,89	PRIYANKA, M. et al.	2020
AAE	EAF	23	32,8	1,87	17,54	ASIL, M.B. et al.	2022
AAE	CV+EAF+CP	65	21,6	1,95	11,08	ALBEGMPRLI, H. et al.	2022
AAE	CV+EAF	80	19,5	1,89	10,32	MAHMOUD, H. A. et al.	2023
ADO	MK	75	11	1,24	8,87	AGUILAR, R. A. et al.	2010
ADO	MK	75	1,5	0,6	2,5	AGUILAR, R. A. et al.	2010
ADO	CV	60	4,35	1,46	2,98	SANJAYAN, J. G. et al.	2015
ADO	CV	65	24,7	1,64	15,06	CHINDAPRASIRT, P. et al.	2022
ALS	CV+EAF	70	29,7	1,97	15,08	REHMAN, M.U. et al.	2020
ALS	CV+EAF	70	24,9	1,91	13,04	REHMAN, M.U. et al.	2020
CVF	CV	60	18,1	1,69	10,71	WONGSA, A. et al.	2016
EPS	MK+CV	22	22,6	1,01	22,38	WU, H. C. et al.	2007
EPS	CV+EAF	80	13,5	1,88	7,18	MAHMOUD, H. A. et al.	2023
PP	CV	70	49	1,84	26,63	TOP, S. et al.	2020
PP+PLT	CV	70	32	1,56	20,51	TOP, S. et al.	2020
RAL	CV+CP	60	14	1,43	9,79	POSI, P. et al.	2016
RCP	CV	65	30,1	1,72	17,5	LIU, M. Y. J. et al.	2016
RCP+ADO	CV	65	13,5	1,47	9,18	LIU, M. Y. J. et al.	2016

Tabela 6: Estudos de CGL realizado por diversos autores, levantamento dos tipos de agregados e suas RM ME e FE

AAE = agregado de argila expandida; ADO = concreto aerado; ALS = agregado leve sintético; EPS = poliestireno expandido; PP = pedra-pomes; PLT = perlita; RAL = resíduo de agregado leve; RCP = resíduo de casca de palma; EAF = escória de alto-forno; CV = cinza volante; CP = cimento Portland; MK = metacaulim.

Na Tabela 6, a maior RM para concretos leves foi de 49 MPa. Mousa (2018) ainda relata que há registro de resistência à compressão de 83 MPa para concretos leves. Nesse caso, refere-se a um concreto geopolimérico leve de alto desempenho (CGLAD). Em um primeiro momento, entende-se como CGLAD quando sua massa específica é menor ou igual a 2,0 kg/dm<sup>3</sup> e sua resistência à compressão é maior ou igual a 50 MPa. Logo, o CGLAD possuirá um FE  $\geq 25$ 

MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Nesse último sentido, o CGL proposto por Top (2020) é um CGLAD, pois atingiu um FE = 26,63 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Esse conceito pode variar levemente em função da tecnologia que determinado país adota quanto aos concretos de alta resistência mecânica.

# 3.8.3.2 Concreto geopolimérico leve de agregado de argila expandida

O agregado de argila expandida (AAE) foi desenvolvido em 1914 pelo americano Hayde após ele observar a expansão de alguns tijolos em sua olaria nos Estados Unidos. Mais tarde, os AAEs foram misturados com a argamassa, dando origem ao concreto leve, e esse material foi utilizado em grandes construções, inclusive em embarcações (BREMNER, T.W. *et al.*, 2009; THIENEL, K.C. *et al.*, 2020).

No Brasil, a empresa Cinexpan é o único fabricante de AAE, estando localizada na cidade Várzea Paulista-SP. A Cinexpan comercializa os AAE em quatro diâmetros, considerando os tamanhos máximo e mínimo do agregado. A Tabela 7 apresenta as características granulométricas, a massa específica (ME) e aparente (MAp) e a absorção de água do agregado (AA%), além de outras propriedades do AAE conforme catálogo desse fabricante (CINEXPAN, 2023).

Tablia 7. Trophedades do TAL comornie catalogo da Cinexpan (2023)										
Propriedades/ Tipo de tamanho	Areia	Brita O	Brita 1	Brita 2						
Classificação comercial (código)	500	1506	2215	3222						
Granulometria (mm)	0-5	6-15	15-22	22-32						
Massa aparente (kg/m <sup>3</sup> )	850	600	500	450						
Massa específica (kg/dm <sup>3</sup> )	1,56	0,82	0,64	0,56						
Resistência do AAE (MPa)*	2,3	2,3	1,8	1,6						
Isolamento acústico (dB)	44	44	44	44						
Absorção de água (AA%)*	6	7	10	10						
Condutividade térmica (W/m.K)	0,10-0,16	0,10-0,16	0,10-0,16	0,10-0,16						

Tabela 7: Propriedades do AAE conforme catálogo da Cinexpan (2023)

\* Os ensaios de esmagamento do AAE e de absorção de água foram realizados, e eles se diferenciaram dos resultados apresentados pelo fabricante.

Após o processo de homogeneização, desintegração e laminação, a argila passa pelo processo de pelotização moldando bastonetes. Os AAE são então queimados em temperaturas que promovam a expansão, as quais variam de 1100 °C a 1300 °C, sendo muito comum a temperatura de 1200 °C. Esses fornos, por serem rotativos, darão o formato arredondado nas partículas, formando o agregado aproximadamente esférico (ROSSIGNOLO, J.A., 2009; RODRIGUES, A.V. *et al.*, 2023a).

Na sequência, quando estão incandescentes, os AAEs sofrem sinterização, consolidando sua porosidade, e são rapidamente resfriados por ventiladores até a temperatura de 300 °C. Assim, o gás gerado no agregado é aprisionado, promovendo os vazios e, por consequência, a expansão e a

leveza, isto é, o agregado passa a ter uma menor massa específica e aparente (RICKARD, W.D.A. *et al.*, 2016; PRIYANKA, M. *et al.*, 2020).

O processo de queima não é o único responsável pela expansão do AAE, sendo necessária uma combinação de óxidos e fundentes para que ocorra a sinterização e a expansão.

Estudos realizados por Wang (2020) com AAE de fabricante estrangeiro mostrou que: a AA% foi de 8,7% em um período de 24 horas; a resistência ao esmagamento (RMES) foi de 2,8 MPa; o agregado utilizado tinha uma densidade de 520 kg/m<sup>3</sup>; e o diâmetro máximo era de 10mm. Desse modo, esses agregados apresentam propriedades semelhantes às propriedades dos agregados da Cinexpan. Outro estudo com AAE apontou uma AA% de 17,2% para um período de 24 horas (ABDULKAREEM, O.A. *et al.*, 2014). Os AAE em 24 horas podem absorver de 5 a 20%, e os agregados destinados à produção de CL são considerados de boa qualidade quando absorvem até 15% (NEVILLE A.M., 2016; AYATI B. *et al.*, 2018).

Agregados leves podem ser desenvolvidos em laboratório e são facilmente preparados por moldagem manual para o estudo das propriedades de um concreto leve. A argila expansiva originária da jazida de Arroio Grande-RS foi utilizada para produção de AAE em três temperaturas de queima, 1100 °C, 1250 °C e 1300 °C. À medida que aumentava a temperatura de queima, encontrou-se: uma maior expansão do AAE, maior leveza, menor resistência mecânica ao esmagamento (RMES) e menor absorção de água. Posteriormente, esse AAE foi testado na produção de concretos leves (CL). Maiores detalhes podem ser consultados nos trabalhos de Rodrigues e Bragança (RODRIGUES, A.V. *et al.*, 2023; 2023b; RODRIGUES, A.V., 2018). A Figura 10 apresenta o AAE da empresa Cinexpan e os produzidos no referido trabalho. É importante destacar que o agregado da empresa Cinexpan utilizado nesta pesquisa foi o AAE-1506.

AAE	Temp. °C	12,5 mm	9,5mm	6,3mm	4,75mm	2,4mm
1506	1250	0	0			
RS	1250	0	0	0	•	
RS	1300					
RS	1100	0	0			

Figura 10: Quadro demonstrativo dos AAEs. Fonte: Rodrigues (2018).

# 3.8.3.3 Absorção de água e índice de vazios do concreto geopolimérico leve

A absorção do concreto e o índice de vazios (porosidade) estão diretamente relacionados à durabilidade do concreto. Altas taxas e índices de absorção levarão a concretos com menor durabilidade, porque a maioria das substâncias nocivas e corrosivas penetra no concreto junto com a água ou umidade, de modo que o concreto sofre com o ataque de íons de cloreto e carbonatação (PRIYANKA, M. *et al.*, 2020; REHMAN, M.U. *et al.*, 2020; AMRAN, M. *et al.*, 2021).

Concretos leves utilizando AAE tendem a absorver mais água quando comparados com um concreto normal. Isso se dá pelo fato de que o próprio AAE exerce certa contribuição na AA%, diferentemente do que ocorre com um agregado de brita granítica (ABG), pois a capacidade de AA% da brita é baixa. Quanto ao índice de vazios (Iv%), ele envolve a razão entre argamassa e agregado. Quanto maior a quantidade de agregados, maior o índice de vazios (MEHTA, P. K. *et al.*, 2008; ROSSIGNOLO, J.A., 2009; NEVILLE A.M., 2016; WANG, Y. *et al.*, 2020).

Mahmoud (2023) estabeleceu que um concreto geopolimérico para uso estrutural tem a tendência de ser durável quando a AA% é inferior a 10%. Já com base em CEB-FIP (1989), classifica-se o concreto em três categorias de acordo com sua capacidade de absorção: (I) ruim  $(AA \ge 5\%)$ ; (II) média ( $3 \le AA < 5\%$ ); e (III) boa (AA < 3%).

Mahmoud (2023) encontrou, em concreto leve, uma AA% de 5,43% utilizando 100% dos agregados (finos e grosso) de AAE. Já Abdulkareem (2014) verificou que sua PST, AG e CGL utilizando AAE apresentaram respectivamente: 15,2%, 18,4% e 10,7% de absorção de água.

# 3.8.3.4 Eflorescência nos concretos geopoliméricos

A eflorescência ocorre quando os sais se precipitam e são carreados pela água até a superfície da peça. Entre os sais mais comuns estão os sulfatos, carbonatos, cloretos e nitratos. Assim como ocorre no concreto à base de cimento Portland, a eflorescência também está presente nos cimentantes geopoliméricos (pastas, argamassas e concretos). Diversos fatores podem contribuir para o surgimento da eflorescência nos geopolímeros. Entre eles é possível citar: (I) excesso de solução alcalina; (II) alta concentração de ativador alcalino; (III) temperatura de cura; (IV) teor de CaO; (V) má homogeneização da solução; (VI) tipo de ativador, pois KOH apresenta uma menor eflorescência quando comparado com NaOH; (VII) relação Si/Al próximo de 1,5, que pode indicar o surgimento de eflorescência. Alguns estudos indicam que, entre os diversos precursores, o metacaulim apresenta um menor potencial de formar eflorescência. (AMRAN, M. *et al.*, 2021; WANG, Y. *et al.*, 2020b; RIBEIRO, D.V. *et al.*, 2021).

A eflorescência, no caso dos geopolímeros, ocorre quando há o excesso de hidróxidos livres (i) – por exemplo, o NaOH –, os quais são carreados através dos poros (ii) e pelo fluxo de umidade para sua superfície (iii), posteriormente reagindo com o dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) da atmosfera (iv) e formando, assim, carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) e moléculas de água (H<sub>2</sub>O). Ao ocorrer a evaporação da água, os cristais se precipitam, formando a eflorescência (LONGHI, M.A, *et al.*, 2019b; RIBEIRO, D.V. *et al.*, 2021). A Figura 11 exemplifica essa reação, e a Figura 12 mostra o ciclo de formação da eflorescência com seus quatro fatores principais



Figura 11: Formação de eflorescência entre o NaOH e o gás carbônico. Fonte: O autor.



Figura 12: Ciclo dos principais fatores de formação de eflorescência. Fonte: O autor.

# 3.9 SÍNTESE DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A urgência de se diminuir a emissão de gases do efeito estufa criou a necessidade de um aglomerante alternativo ao cimento Portland, e o cimento geopolimérico é uma alternativa promissora. Históricamente, esse aglomerante já foi utilizado na produção de edifícios, apesar disso, há uma carência de normas para esse tipo de material, ainda mais quando se trata de concreto leve. Foi demonstrado que os precursores podem vir de diversas fontes, porém o precursor menos estudado é a argila caulinítica (ALBIDAH, A.S., 2021). Além disso, poucos trabalhos conseguiram produzir um concreto geopolimérico leve e, ao mesmo tempo, com capacidade estrutural (RM ≥ 20 MPa). Para se conseguir leveza (advinda de uma menor massa específica) e paralelamente uma boa resistência mecânica, é apresentado o agregado de argila expandida como opção. Destaca-se ainda que os ativadores são responsáveis pelo aumento da RM, influenciando os mecanismos de polimerização na formação do geopolímero e, portanto, determinando boa parte das propriedades finais dos geopolímeros. São demonstradas diversas aplicações de concreto geopolimérico leve, mas a maioria é para uso não estrutural, devido ao tipo de agregado ou do ativador utilizado. A Tabela 8 apresenta os principais artigos encontrados em que se produziu concreto geopolimérico leve, com diferentes agregados, salientando-se que poucos trabalhos atingiram resistência mecânica à compressão acima de 20 MPa.

Tipo do	Precursor	Temp.	RM	ME	FE	Referência	Ano
agregado		°C	MPa	kg/dm³	MPa.dm³/kg		
AAE	EAF	25	19,7	1,63	12,09	YANG, K. H. et al.	2010
AAE	CV	70	18,2	1,44	12,64	ABDULKAREEM, O. A.	2014
AAE	CV	23	17,6	1,36	12,94	RICKARD, W.D.A. et al.	2016
AAE	CV+EAF	23	14,4	1,38	10,43	HASSAN, A. et al.	2019
AAE	CV	65	7,2	1,72	4,19	WANG, Y. et al.	2020
AAE	CV	22	26,6	1,55	17,16	PRIYANKA, M. et al.	2020
AAE	CV	22	41,37	1,98	20,89	PRIYANKA, M. et al.	2020
AAE	EAF	23	32,8	1,87	17,54	ASIL, M.B. et al.	2022
AAE	CV+EAF+CP	65	21,6	1,95	11,08	ALBEGMPRLI, H. et al.	2022
AAE	CV+EAF	80	19,5	1,89	10,32	MAHMOUD, H. A. et al.	2023
ADO	MK	75	11	1,24	8,87	AGUILAR, R. A. et al.	2010
ADO	МК	75	1,5	0,6	2,5	AGUILAR, R. A. et al.	2010
ADO	CV	60	4,35	1,46	2,98	SANJAYAN, J. G. et al.	2015
ADO	CV	65	24,7	1,64	15,06	CHINDAPRASIRT, P. et al.	2022
ALS	CV+EAF	70	29,7	1,97	15,08	REHMAN, M.U. et al.	2020
ALS	CV+EAF	70	24,9	1,91	13,04	REHMAN, M.U. et al.	2020
CVF	CV	60	18,1	1,69	10,71	WONGSA, A. et al.	2016
EPS	MK+CV	22	22,6	1,01	22,38	WU, H. C. et al.	2007
EPS	CV+EAF	80	13,5	1,88	7,18	MAHMOUD, H. A. et al.	2023
PP	CV	70	49	1,84	26,63	TOP, S. et al.	2020
PP+PLT	CV	70	32	1,56	20,51	TOP, S. et al.	2020
RAL	CV+CP	60	14	1,43	9,79	POSI, P. et al.	2016
RCP	CV	65	30,1	1,72	17,5	LIU, M. Y. J. et al.	2016
RCP+ADO	CV	65	13,5	1,47	9,18	LIU, M. Y. J. et al.	2016

Tabela 8: Estudos de CGL realizado por diversos autores, com diferentes agregados leves e suas resistências à compressão

AAE = agregado de argila expandida; ADO = concreto aerado; ALS = agregado leve sintético; EPS = poliestireno expandido; PP = pedra-pomes; PLT = perlita; RAL = resíduo de agregado leve; RCP = resíduo de casca de palma; EAF = escória de alto-forno; CV = cinza volante; CP = cimento Portland; MK = metacaulim.

# 4. MATERIAIS E MÉTODOS

A Tabela 9 apresenta os ensaios realizados com cada material utilizado na pesquisa e permite uma visão completa de todas as caracterizações e dos ensaios realizados. A Figura 13 apresenta o fluxograma das três fases executadas nesta pesquisa, e a Figura 14 apresenta esse fluxograma de forma detalhada. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais e Tecnologia do Ambiente Construído (LAMTAC) e no Laboratório de Cerâmicos (LACER), ambos na UFRGS.

Item	Caracterização, análises e ensaios de materiais	Argila de Pantano (AP)	Areia	Agregado de argila expandida (AAE)	Agregado granítico	Pasta geopolimérica (PST)	Argamassa geopolimérica (AG)	Concreto geopolimérico leve (CGL)	Concreto geopolimérico normal (CGN)
1	Difração de raios X (DRX)								
2	Fluorescência de raios X (FRX)								
3	Granulometria a laser (BET)								
4	Análise termogravimétrica (ATG)								
5	Calorimetria (DTG)								
6	Limite de Atterberg (LL, LP e IP)								
7	Ensaio de atividade pozolânica								
8	Massa específica (ME)								
9	Massa aparente (MAp)								
10	Absorção de água e ativador (AA%)								
11	Índice de vazios (Iv%)								
12	Distribuição granulométrica								
13	Índice de forma dos agregados (IF)								
14	Módulo de finura (MF)								
15	Dimensão máxima caract. (DMC)								
16	Resistência ao esmagamento								
17	Consistência (mini-slump)								
18	Resistência à compressão								
19	Microscopia óptica								
20	Microscopia eletrônica de varredura								
21	Espectroscopia de Raman								
22	Fator de eficiência (FE)								

Tabela 9: Caracterização e ensaio dos materiais realizados nesta pesquisa



Figura 13: Fluxograma contendo as três fases da pesquisa de forma geral. Fonte: O autor



Primeira Fase: Produção da pasta geopolimérica (PST).

Segunda Fase: Produção da argamassa geopolimérica (AG)



Terceira Fase: Produção do concreto geopolimérico leve (CGL)



Legenda. PST: pasta. AP: argila de Pantano. ATV<sup>(1)</sup>: monoativador, hidróxido de sódio dissolvido em água. ATV <sup>(2)</sup>: biativador, hidróxido de sódio dissolvido em água e misturado com silicato de sódio. ATV <sup>(3)</sup>: biativador, hidróxido de sódio dissolvido diretamente no silicato de sódio. TA: temperatura ambiente ~22 °C. AAE: agregado de argila expandida. ABG: agregado de brita granítica. CGL: concreto geopolimérico normal.

Figura 14: Fluxograma contendo as três fases da pesquisa detalhada. Fonte: O autor

# 4.1 MATERIAIS

Os resultados apresentados da caracterização dos materiais são uma média aritmética simples acompanhada do desvio-padrão do conjunto analisado. O número mínimo de amostras foi sempre superior a quatro e o máximo de seis.

# 4.1.1 Preparo e caracterização da argila de Pantano crua e calcinada

A argila de Pantano Grande-RS (AP), no seu estado *in natura*, possui partículas que se assemelham a um silte com dimensão de 0,05 mm e formando alguns torrões de até 2 cm. O material apresentou coloração creme e branca variegada, com propriedades de coesão, o que lhe confere característica de uma argila (GRAIG, 2007; ASTM C 294-05). A AP provém da decomposição de uma rocha anortosítica de uma região em que são encontrados migmatitos pré-cambrianos (OLIVEIRA, V.M. *et al.*, 2021). Foram recebidos três sacos de aproximadamente 15 kg de argila que, posteriormente, foi homogeneizada para que os ensaios fossem representativos.

# 4.1.2 Preparo da argila calcinada

O preparo da AP envolve os processos de I-secagem, II-peneiramento, III-queima e IV-moagem. A AP foi secada em estufa na temperatura de 100±5 °C por 24 horas para eliminar a umidade contida na amostra, dando condições para o peneiramento. Posteriormente, a AP passou pelas peneiras de malha 8, com abertura de 2,36 mm (série normal da ABNT). A queima da AP se deu em um forno mufla (Modelo CL-Sanchis) resfriado por cerca de 24 horas. A temperatura de calcinação foi definida em 750 °C em virtude dos ensaios de ATG e DSC, e a taxa de aquecimento foi de 5 °C/minuto, permanecendo 1 hora nessa temperatura (temperatura de patamar). O tempo para todo esse ciclo foi de ~3 horas e 30 minutos. Por fim, o processo de moagem foi realizado com um moinho horizontal de bolas de alumina por um período de 6 horas, e a cada batelada se produzia ~2,0 kg de AP.

# 4.1.3 Ensaios de caracterização da argila de Pantano

# 4.1.3.1 Fluorescência de raios X (FRX)

Utilizou-se o espectrômetro da marca Shimadzu, XRF 1800, entre o número de ondas de 400-4000 cm<sup>-1</sup>. Na preparação da amostra, a argila passou por peneira ABNT malha 325 (abertura de 0,44 mm). Após, prensaram-se pastilhas de 3 gramas compactadas a ~20 MPa com ligante ácido bórico. A composição química da AP apresenta uma quantidade significativa de sílica (SiO<sub>2</sub>) e alumina

(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e, ao mesmo tempo, uma baixa concentração de óxido de cálcio (CaO). A Tabela 10 apresenta esses resultados.

Tabel	Tabela 10: Análise química por fluorescência de raios X (FRX). Argila de Pantano (AP).											
	Composição química e mineralógica da argila de Pantano (% em peso)											
SiO <sub>2</sub>	$Al_2O_3$	$Fe_2O_3$	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	Perda ao fogo	$\sum$ óxidos*				
48,58	36,34	0,75	0,71	0,57	0,44	0,14	12,44	0,05				
*MO+M		0.05										

**—** 1 1 10 1 (1) 

 $MnO+MgO+P_2O5 \leq 0.05$ 

Ao se analisar um material para ser utilizado na produção de geopolímero, são definidas as razões molares, pois essas razões indicarão o potencial da argila calcinada como precursor e a necessidade de possíveis correções. Do mesmo modo, é necessário verificar a contribuição que o ativador fornece ao sistema (BARBOSA, V.F.F. et al., 2000; SUBAER, A.V.R., 2007). A Tabela 11 apresenta os resultados molares com base na fluorescência de raios X da argila calcinada.

Tabela 11: Relações molares dos óxidos da AP. Peso molecular e número de mol.

Composição química	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
Peso molecular (g/mol)	60,07	101,96	159,69	56,08	61,98	94,2
Número de mol	0,809	0,356	0,005	0,013	0,009	0,005

# 4.1.3.2 Difração de raios X (DRX)

A verificação das fases cristalinas da AP foi realizada a partir da análise com difratômetro de raios X marca Phillips, modelo X'Pert MDB, com radiação CuKa sob condições de 40 kV e 40 mA, passo de  $0.05^{\circ}$  1s<sup>-1</sup>, entre 5 e 75° (2 $\phi$ ) e analisado usando o software X'Pert High Score Plus.

A Figura 15 mostra os difratogramas das amostras da argila AP antes e após as calcinações. Não se observou uma diferença significativa nas fases da AP após calcinação entre 700 e 800 °C, mostrando a ausência de caulinita. Optou-se pela temperatura de 750 °C, tendo em vista uma pequena margem de queima devido às heterogeneidades térmicas em um forno laboratorial. Alguns autores apontam que a temperatura de uma argila caulinítica está entre 500 °C e 800 °C, outros apontam o intervalo de 700 °C a 800 °C (OLIVEIRA, V.M. et al., 2021; SILVA, M. G., 2007). Para que as reações químicas ocorram entre a AP (precursor) e o ativador é condição necessária que a argila esteja na condição amorfa.



Posição [°2 Theta]

Figura 15: Composição mineral por DRX da argila de Pantano. K = Caulinita; A = Anortita; Q = Quartzo.

# 4.1.3.3 Granulometria a laser e ensaio de área superficial (BET)

Para a análise granulométrica a laser foi utilizado o granulômetro da marca Cilas, modelo 1180, que emprega a água como fluido, em um feixe de  $\lambda$ = 830,625 nm; esse aparelho mede o tamanho das partículas que passam através dele, em uma faixa entre 0,04 µm 2500 µm.

A superfície específica foi analisada pelo método BET sob atmosfera de nitrogênio e utilizando o equipamento Quantachrome, Nova 1000e.

As amostras apresentaram um diâmetro médio de 13,0  $\mu$ m e uma área superficial de 5,71 m<sup>2</sup>/g. A Tabela 12 e a Figura 16 apresentam a distribuição granulométrica, a qual é um dos principais fatores que irá conferir uma boa reatividade da argila calcinada (SHVARZMAN, A. *et al.*, 2003).

J ≤ 10%	D ≤ 50%	$\frac{1}{D \le 90\%}$	Ø médio	BET
μm	μm	μm	μm	m²/g
0,98	7,6	33,06	13,0	5,71

Tabela 12: Distribuição do diâmetro das partículas (D) e área superficial (BET) da AP



Figura 16: Histograma e curva cumulativa da argila de Pantano.

# 4.1.3.4 Análises termogravimétricas e diferencial: ATG/DTG/DSC

A análise termogravimétrica (ATG) da AP foi realizada em uma faixa de temperatura entre 20 °C e 1000 °C utilizando o equipamento da Shimadzu TGA-50, com uma taxa de aquecimento de 10 °C min<sup>-1</sup> em atmosfera de nitrogênio a 50 mL min<sup>-1</sup>. A análise calorimétrica exploratória diferencial (DSC) foi realizada utilizando um equipamento Netzsch DSC 404 F1 Pegasus, com ar sintético e taxa de aquecimento de 10 °C min<sup>-1</sup> até 1000 °C.

A Figura 17 apresenta o resultado com a AP crua. Na curva do DTG, o primeiro pico endotérmico observado a ~80 °C refere-se à perda de umidade superficial absorvida, e o pico de desidroxilação ocorre a ~520 °C. Os resultados da ATG são coerentes com essa conclusão, ocorrendo a perda de massa (água estrutural) em um intervalo de 400 °C a 700 °C.



Figura 17: Análise termogravimétrica (ATG; série 1 Azul) e análise termogravimétrica diferencial (ATD; série 2 Vermelho).

A Tabela 13 apresenta os dados da análise ATG/ATD, indicando as temperaturas extraídas da Figura 17.

i da AP (AIG/AIL
9,4
325
751
520

ofe de queima da AP (ATG/ATD) Т

Na avaliação do DSC (Figura 18), observam-se três picos: o primeiro pela perda de água a 80 °C, o segundo a 520 °C e o último a 980 °C. Esse último sugere a formação de fase tipo espinélio ou mulita (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>), a qual normalmente situa-se em um intervalo de formação entre 950 e 1250 °C (GADIKOTA, G. et al., 2017).



Figura 18: DSC da argila de Pantano (AP).

# 4.1.3.5 Atividade pozolânica

A avaliação da atividade pozolânica pelo ensaio de Chapelle modificado foi realizada com a AP após calcinação nas temperaturas de 700 °C e 800 °C, conforme a NBR 15895 (ABNT, 2010). A Tabela 14 apresenta o resultado do ensaio realizado nas duas temperaturas. O ensaio de Chapelle revelou um bom grau de atividade pozolânica, cujo índice de atividade mínima precisa atingir 436 mg de Ca(OH)<sub>2</sub> por grama de pozolana (RAVERDY, M.R. et al., 1980; BORGES, 2017).

Quanto à variação entre as duas temperaturas - de 700 °C e 800 °C -, a argila de Pantano não apresentou um ganho considerável, já que, para variação de 100 °C, houve um ganho de apenas 5%. Portanto, com base nesse parâmetro não se justifica a queima da AP na temperatura de 800 °C.

Tabela 14: Resultado do índice de atividade pozolânica da AP					
Potencial Po	ozolânico [mg Ca	(OH) <sub>2</sub> /g AP]			
700 °C	800 °C	750 °C			
680,3	717,5	~698,9			

# 4.1.3.6 Limite de liquidez, plasticidade e índice de plasticidade

-

A consistência do solo, também chamada de limite de Atterberg, permite conhecer o limite de liquidez (LL), o limite de plasticidade (LP), além de seu índice de plasticidade (IP). Para a realização dos ensaios, foram seguidas as orientações das NBRs 6459 e 7180 (ABNT, 2016), foi utilizado o equipamento de Casagrande e foram plotados seis pontos para a construção do diagrama.

A Tabela 15 apresenta resultados de LL e LP, os quais dão uma ordem de grandeza da quantidade de água necessária para que a argila tenha um comportamento líquido e plástico, a depender do teor de umidade. Já o LP indica a quantidade mínima de água ou ativador para que se tenha coesão com essa argila. Este ensaio foi realizado com a argila de Pantano antes de sua queima. Após a calcinação e moagem, o ensaio foi repetido: o LL com a AP foi de 22,56%, e o LP, por sua vez, não foi possível extrair conforme critério da NBR 7180 (ABNT, 2016).

Tabela 15: Limites de Atterberg da AP					
Limite de liquidez	LL	36,18%			
Limite de plasticidade	LP	13,72%			
Índice de plasticidade	IP	22,46%			

# 4.1.3.7 Propriedades físicas da argila: massa aparente, massa específica e coloração

A massa aparente (MAp) e a massa específica (ME) foram, respectivamente, 1,64 kg/dm<sup>3</sup> e 2,61 kg/dm<sup>3</sup>. Essas propriedades físicas se basearam na NBR 16605 (ABNT, 2017). As caracterizações foram realizadas depois de a AP ter sido calcinada e moída. A Figura 19 mostra a coloração da AP antes e depois da calcinação em 750 °C.



Figura 19: Argila de Pantano antes e depois de calcinada a 750 °C. Após calcinação, assumiu a coloração rosa.

# 4.1.4 Caracterização do agregado miúdo (areia)

A areia utilizada é proveniente da região de Jacareí-SP, da empresa DELGA. A escolha dessa areia se deu pela sua pureza e pelo fato de assemelhar-se à areia normatizada brasileira, conforme NBR 7214 (ABNT, 2015). A granulometria da areia foi utilizada de acordo com a NBR 17054 (ABNT, 2022) e a NBR 7211(ABNT, 2019). Antes do peneiramento, as areias passaram pela estufa a 100 °C  $\pm$ 5 por 24 horas. O Módulo de finura definido foi de MF = 2,80, e a dimensão máxima característica (DMC) foi de 4,75 mm, sendo essa areia classificada como areia média. A Tabela 16 apresenta essa caracterização.

Abertura	Amostra			Limites retido e acumulado em %					
da	%	Massa	Massa	Massa	Zona Inf	Zona Inferior		Zona Superior	
peneira	da	retida	acumulada	acumulada	Utilizada	Ótima	Ótima	Utilizada	
[mm]	Amostra	[g]	[g]	[%]	ZIU	ZIO	ZSO	ZSU	
4,75	0	0	0	0	0	10	20	25	
2,36	15	150	150	15	5	20	30	50	
1,18	15	150	300	30	15	35	55	70	
0,60	25	250	550	55	50	65	85	95	
0,30	25	250	800	80	85	90	95	100	
0,15	20	200	1000	100	100	100	100	100	
Total	100%	1000		280					
Módulo d	e finura (M	F)		2,8		DMC =	4,75mm		

Tabela 16: Granulometria, dimensão máxima característica e módulo de finura da areia

O ensaio para verificação da massa aparente (MAp) e da massa específica (ME) seguiu as orientações da NBR 16916 (ABNT, 2021), que trata de uma areia quartzítica com massa específica (ME) e massa aparente (MAp), respectivamente, de 1,74 kg/dm<sup>3</sup> e 2,66 kg/dm<sup>3</sup>. Esse tipo de areia já foi utilizado na produção de compostos geopoliméricos (SAHIN, F. *et al.*, 2021).

# 4.1.5 Caracterização do agregado graúdo: argila expandida e brita granítica

Os agregados de argila expandida (AAE) utilizados foram adquiridos do único fabricante existente no Brasil, a empresa Cinexpan. Comercialmente, os AAEs são denominados 1506 e 0500. Tratase de agregados que, no seu processo de fabricação, foram queimados a ~1250 °C, e seus códigos representam os diâmetros mínimo e máximo em que são fornecidos. O agregado de brita granítica (ABG) provém da região metropolitana de Porto Alegre-RS, da cidade de Gravataí-RS, e seu fornecedor é a empresa Britasul. Além do AAE produzido pela empresa Cinexpan, será utilizado o AAE queimado a 1300 °C produzido no LACER e denominado AAE-RS-1300.

# 4.1.5.1 Índice de forma, granulometria, massa aparente, massa específica e absorção de água

a) Îndice de forma e distribuição granulométrica

O índice de forma (IF) é baseado na NBR 7809 (ABNT, 2019). O IF é utilizado para conhecer a relação entre o comprimento e a espessura do agregado, e isso indica a facilidade do agregado em fluir e se misturar no concreto. Agregados próximos a 1 tendem a ser esféricos ou cúbicos rolam em todas as direções; ~2 são lamelares ou alongadas, rolam apenas em uma direção; e ~3 ou superiores são extremamente alongados e apenas se arrastam. Além disso, o IF de forma indireta indica a possível superfície desse agregado, com relevos convexos (~1) e côncavos (>2). A Figura 20 apresenta a morfologia do agregado de brita granítica. Conforme a NBR 7211 (ABNT, 2019), os agregados utilizados para produção de concreto não devem ter um IF superior a 3.



Figura 20: Amostra do ABG e sua morfologia nos tamanhos retidos na peneira 4,8 mm e 6,33 mm.

A distribuição granulométrica foi selecionada procurando aumentar o empacotamento entre os agregados. O agregado graúdo pode ser classificado como brita zero (4,8 mm  $< \emptyset \le 9,5$  mm). Foi feita uma composição de tamanhos entre os agregados na proporção em massa de 2:1, a qual, na proporção 2, consistia em agregados retidos na peneira da ABNT de abertura 4,8 mm e passante na peneira de abertura de 6,33 mm. Na proporção 1, se tratava de agregados retidos na peneira de abertura 6,33 mm e passantes na peneira de abertura 9,5 mm. Esse critério foi utilizado para os dois tipos de agregados (HELENE, P.R.L. *et al.*, 2004).

# b) Massa aparente e massa específica

Os ensaios de MAp e ME foram baseados na NBR 16917 (ABNT, 2021). Foi pesada a massa do agregado em balança analítica com duas casas decimais e foi medido o volume do recipiente. Verificou-se que o agregado de brita granítica (ABG) possui uma ME superior em 2,82 vezes em relação à ME do agregado de argila expandida (AAE). Assim, foi necessário estabelecer uma metodologia de dosagem do concreto em porcentagem de volume, para que se pudesse comparar o concreto geopolimérico leve (CGL) com o concreto geopolimérico normal (CGN), pois esse é o único material que se diferencia entre os concretos. A Tabela 17 traz essa caracterização.

Tabela 17: Propriedades físicas dos agregados: MAp, ME e índice de forma

1	00	1	,
Propriedade	ABG	AAE	AAE-RS-1300
MAp (kg/dm <sup>3</sup> )	1,41	0,66	0,48
$ME (kg/dm^3)$	2,71	0,96	0,56
Índice de forma (IF)	1,9	1,4	1,2

# c) Absorção de água

Os ensaios do índice de vazios (Iv%) e da absorção de água (AA%) foram baseados na NBR 16917 (ABNT, 2021). Para isso, foi utilizada a quantidade de 0,5 kg de agregado graúdo. Os ensaios foram medidos em intervalos de 1h, 3h, 5h, 24h e 72h. Verificou-se também a absorção dos agregados utilizando o ativador hidróxido de sódio (NaOH) com concentração de 8 mol dissolvido no silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) líquido. A Tabela 18 traz a progressão de absorção do AAE e do AAE-RS-1300 em relação ao tempo de imersão.

Tabela 18: Absorção de água (AA%) e do biativador nos agregados em função do tempo

Agregado	Líquido	1 hora	3 horas	5 horas	24 horas	72 horas
		AA%	AA%	AA%	AA%	AA%
AAE	Água	7,84±2,62	8,83±2,44	9,67±2,39	10,81±1,44	12,34±1,39
	Biativador	8,78±2,20	10,29±1,92	11,00±2,26	13,74±1,86	14,77±1,18
AAE-RS-1300	Água	3,12±0,68	3,44±0,83	4,23±0,35	4,27±0,29	4,21±0,14

# 4.1.5.2 Resistência mecânica ao esmagamento e absorção de água do agregado

A resistência mecânica ao esmagamento (RMES) foi baseada na NBR 9938 (ABNT, 2013), com a adaptação de se utilizar um corpo de prova Ø10x20cm com profundidade de 1 cm de esmagamento; tendo sido utilizados três corpos de prova. Após os resultados, uma média foi realizada. Para que os agregados permanecessem unidos, uma nata de cimento (1:1) foi utilizada. A resistência do agregado é importante, pois é sabido que existe uma relação entre a resistência do agregado e a resistência do concreto, uma vez que agregados com maior resistência mecânica tendem a produzir concretos com maior resistência à compressão (NEVILLE, A. M. *et al.*, 2013; CLAISSE, P. A., 2019).

A absorção de água do agregado (AA%) e o índice de vazios (Iv%), quando pequenos, contribuem para a aderência da pasta e melhoram o preenchimento na zona de transição (ZT) entre pasta e agregado. Como consequência, há o aumento da resistência à compressão. A AA% foi baseada na NBR 16972 (ABNT, 2021). A Tabela 19 apresenta essa caracterização com AA% após 24 horas. Nota-se que o AAE-RS-1300, por ser queimado em alta temperatura, sofre uma forte sinterização, de modo que apresenta baixa porosidade aberta (AA%), porém possui alta porosidade fechada, o que explica sua baixa resistência mecânica.

Tabela 19: Resistência mecânica dos agregados e absorção dos agregados

		00	, 00
Propriedade	ABG	AAE	AAE-RS-1300
AA%	$2,05\pm0,03$	10,81±1,44	4,27±0,29
RMES (MPa)	46,9±10,8	1,26±0,19	0,13±0,01

# 4.1.6 Caracterização e preparo dos ativadores

# 4.1.6.1 Caracterização dos ativadores

O ativador (ATV) hidróxido de sódio (NaOH) foi adquirido da empresa DINÂMICA, tendo as seguintes referências químicas: hidróxido de sódio P.A-ACS (micropérolas de diâmetro de 1,0-2,5 mm) NaOH - PM:40,00 lotes 106234; concentração 98%; e 2% das demais composições químicas. O material foi recebido em frascos de 1000 g.

O ativador (ATV) silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) foi adquirido da empresa PROC9 Ind., tendo as seguintes referências químicas: silicato de sódio P.A.; densidade 25 °C (picnômetro) 1,39 g/cm<sup>3</sup>; óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O) = 9,09%; relação SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O = 3,17; sílica 28,82%; sólidos totais 37,91%; densidade Be = 40,68. Material em estado líquido, lote 1911038.

# 4.1.6.2 Preparo do monoativador: NaOH dissolvido em água

A preparação do monoativador envolveu a dissolução do NaOH em água. Ao misturar os dois materiais, houve uma reação química exotérmica e, para mantê-la em baixa temperatura, a solução permaneceu envolvida por gelo. A mistura foi feita utilizando-se um agitador magnético por 2 horas, sendo a mistura utilizada após 24 horas de repouso.

# 4.1.6.3 Preparo do biativador: NaOH dissolvido em água e, posteriormente, no Na2SiO3

Inicialmente, avaliou-se a concentração do monoativador (NaOH+H<sub>2</sub>O). Na sequência, foi adicionado o silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), formando o biativador [(NaOH+H<sub>2</sub>O)+ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]. Foram estabelecidas cinco razões mássicas entre NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, nas seguintes proporções: 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5; 1:3. As misturas foram feitas em agitador magnético por 2 horas e utilizadas após 24 horas, assim como se fez com o monoativador.

# 4.1.6.4 Preparo do biativador: NaOH dissolvido diretamente no Na2SiO3

Conforme certificado de análise da empresa PROC9 Ind., 62,08% da massa do silicato de sódio é composta por água. Assim, fazendo uso dessa quantidade, o NaOH foi dissolvido nas concentrações de 8 e 10 mol diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Portanto, o biativador foi formado por (NaOH+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). Devido à reação exotérmica, a mistura foi realizada com banho de gelo. Na sequência, a solução foi homogeneizada em um agitador magnético por 2 horas e utilizada após 24 horas.

# 4.2 MÉTODOS

# 4.2.1 Formulação, preparo e conformação das pastas geopoliméricas

Entende-se como pasta geopolimérica (PST) a mistura entre a argila de Pantano (AP) calcinada e os ativadores (ATV). No estudo da pasta geopolimérica, foram testadas três formulações até que se conseguisse uma pasta que atendesse aos parâmetros de: (I) resistência à compressão; (II) eflorescência mínima; e III) mínimo de microfissuras. Nos três estudos com pastas, foram considerados grupos de quatro amostras, as quais foram rompidas nas idades de 4, 7 e 28 dias.

# I) Formulação das pastas

a) Pasta com monoativador: estudo de dois traços [1:0,5] e [1:0,7], em que "1" significa a quantidade em massa de argila de Pantano calcinada e 0,5 ou 0,7 significa a quantidade em massa do monoativador (NaOH+H<sub>2</sub>O) em relação à quantidade de argila. Nesse estudo, além desses dois

traços, foi variada a concentração de NaOH em 6, 8, 10 e 12 mol. A cura da pasta foi feita na temperatura ambiente (~22 °C) e na temperatura de 50 °C±5. Essa metodologia de dosagem foi denominada PST I.

b) Pasta com biativador: NaOH dissolvido em água e, posteriormente, misturado no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.
Foram verificados dois traços [1:0,5] e [1:0,7] na concentração de 8 mol de NaOH. Foram testadas cinco razões mássicas entre o hidróxido de sódio e silicato de sódio, nas proporções 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5; 1:3. A temperatura de cura foi de 50 °C±5. Essa metodologia de dosagem foi denominada PST II.

c) Pasta com biativador: NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, ou seja, 62,08% da massa de silicato de sódio é composta por água. Desse modo, foi sobre esse percentual que foi dissolvido o NaOH. Nesse estudo, foram mantidos os dois traços [1:0,5] e [1:0,7], e as concentrações molares utilizadas foram de 8 e 10 mol de hidróxido de sódio dissolvido no silicato de sódio. A temperatura de cura adotada foi de 50 °C±5. Essa metodologia de dosagem foi denominada PST III. A razão mássica entre NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> para 8 e 10 mol foi, respectivamente, 1:5,03 e 1:4,03.

Assim, há um valor decrescente de quantidade de água (água efetiva) da formulação, explicada em (a) > (b) > (c). O valor de água efetiva para 8 mol e fator ATV/p de 0,5 é de: PST I = 0,41; PST II = 0,34; PST III = 0,28. Já para o fator ATV/p de 0,7 é de: PST I = 0,57; PST II = 0,48; PST III = 0,39.

# II) Preparo das pastas

O ciclo de produção foi  $\leq 20$  minutos, envolvendo homogeneização, moldagem e vibração nos corpos de prova (CP). Todas as pastas apresentaram uma consistência fluida ou de fácil moldagem. A sequência da execução foi: I – fez-se mistura manualmente entre o precursor (AP) e o ativador (ATV) por ~1 min.; II – na sequência, a mistura foi colocada na "argamassadeira" e misturada por ~4 min.; III – depois, deixou-se a mistura em descanso por ~2 min – nesse período, verificou-se que a pasta estava de fato homogeneizada e se não existiam grumos ou aglomerados que apresentassem duas fases; IV – procedeu-se uma segunda homogeneização mecanizada por ~2 min. V – retirou-se parte do material e fez-se o ensaio de consistência em ~2 min. VI – iniciou-se a moldagem dos CP, o que levou ~4 min. VII – vibrou-se cada um dos CP por alguns segundos em mesa vibratória para expulsar o ar.

# III) Conformação dos corpos de prova

As pastas geopoliméricas foram moldadas manualmente em cilindros poliméricos (canos de pvc) em CP com diâmetro de Ø 24 mm e altura de 48 mm. Após a moldagem das amostras, essas foram mantidas em repouso por 3 horas em temperatura ambiente. Após esse período, parte desses CP ficou em temperatura ambiente (TA) e parte deles foi acondicionada em uma estufa a 50 °C±5 e permaneceu ali até o dia do seu rompimento, em diferentes idades. Observa-se que os CP na estufa a 50 °C eram desmoldados dos cilindros no terceiro dia para melhor cura térmica.

# 4.2.2 Formulação, preparo e conformação das argamassas

# I) Formulação das argamassas

O estudo da argamassa geopolimérica (AG) se deu apenas com os biativadores. As metodologias adotadas no processo de formulação foram duas, a saber: (I) biativador em que o NaOH é dissolvido em água e posteriormente misturado no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>; (II) biativador em que o NaOH é dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. A razão do traço foi: argila calcinada (AP): areia: biativador.

Na AG II, em que o NaOH é dissolvido em água e posteriormente adicionado no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, a quantidade de água efetiva (aef/p) na solução será maior do que em AG III para uma mesma quantidade de biativador. O biativador preparado para AG II terá 68,39% de água efetiva e inclui: a água que se encontra no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (41,59%), a água que serviu para dissolver o NaOH (25%) com a concentração de 8 mol e a água da própria reação do NaOH ao se transformar em água (1,8%). Quanto à AG III, em que o NaOH é dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, a quantidade de água efetiva (aef) nesse biativador é de 55,85%, e ela é proveniente da água que se encontra no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (51,78%) e da água da própria reação do NaOH ao se transformar em água (4,07%).

Como dito, a argamassa em que se utilizou o NaOH dissolvido em água e posteriormente misturado no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> foi denominada AG II. Para essa argamassa foram preparados quatro traços: [1:1:0,5]; [1:2:0,5]; [1:1:0,7]; [1:2:0,7]. A concentração de hidróxido de sódio foi de 8 mol, e a razão mássica entre NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> foi de 1:2. A temperatura de cura foi de 50 °C±5, e os corpos de prova (CP) de argamassa foram rompidos em 7, 14 e 28 dias.

Já a argamassa com o NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> foi denominada AG III. Para essa argamassa foram preparados quatro traços: [1:1:0,5]; [1:2:0,5]; [1:1:0,7]; [1:2:0,7]. A concentração de hidróxido de sódio foi testada em 8 mol, após os resultados com a pasta. Verificou-se o comportamento nas temperaturas ambiente e de 50 °C $\pm$ 5, e os CP foram rompidos em 7, 14 e 28 dias. Apesar de terem sido utilizadas duas metodologias na formulação das AGs, o seu preparo apenas difere na questão de dissolução do NaOH na água ou no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, uma vez que a concentração dos biativadores torna-se diferente. Nos demais aspectos, aplicou-se a mesma forma de preparo e execução.

O tempo de mistura e conformação dos materiais da AG não ultrapassou 20 minutos, e esse ciclo compreendeu os seguintes passos: I – fez-se uma mistura manualmente entre a AP e o ATV por ~1 min – nessa etapa, colocava-se cerca de 70% do ATV; II – na sequência, colocou-se a pasta na "argamassadeira" e misturou-se por ~4 min, sendo, em seguida, despejado o restante do biativador (30%) durante esse processo; III – descanso por ~2 min – nessa etapa, com o material no balde, foram se desfazendo, manualmente, pequenos aglomerados; IV – procedeu-se uma segunda homogeneização mecanizada por ~4 min; V – finalizou-se com a moldagem das amostras nos CP, o que levou ~6 min. Para a execução da mistura mecanizada utilizou-se uma furadeira de bancada com ~550 RPM, com uma haste metálica denominada misturador, no mesmo ciclo do preparo das pastas.

# III) Conformação dos corpos de prova

Os moldes utilizados para conformação dos CP de AG foram os mesmos utilizados na conformação das pastas, e o mesmo procedimento foi seguido. Após a moldagem dos CP, esses eram mantidos em repouso por 3 horas em temperatura ambiente. Esse tempo é necessário para que ocorra a Fase I (destruição-coagulação) especificamente a dissolução, conforme a Figura 8. Em seguida, parte desses CP foram acondicionados em uma estufa a 50 °C±5 e permaneceram ali até o dia do seu rompimento. A razão de as amostras serem levadas para estufa era para acelerar a Fase II (coagulação-condensação), que compreende o processo de coagulação/condensação com a retirada gradual da água. A desforma dos corpos de prova se deu no terceiro dia depois de sua moldagem. As amostras que não foram para estufa foram verificadas e suas propriedades físicas e mecânicas foram comparadas com as amostras que sofreram aquecimento na estufa.

#### 4.2.3 Concreto geopolimérico leve e geopolimérico normal

Os estudos realizados com a argamassa geopolimérica (AG) levaram à escolha da melhor argamassa e de um traço-padrão. Com esse traço-padrão em massa [1:2:0,5], adotou-se a metodologia de adicionar uma porcentagem volumétrica de agregados de argila expandida (AAE) em relação ao volume total da formulação. Com isso, produziu-se o concreto geopolimérico leve

(CGL) e comparou-se um dos traços com o concreto geopolimérico normal (CGN) a uma temperatura de 50 °C e volume de agregados em 30%.

Três tipos de agregados leves, produzidos em diferentes temperaturas de queima, foram testados, de modo a avaliar o efeito da densidade e da resistência mecânica do agregado.

# 4.2.3.1 Formulação, preparo e conformação do concreto geopolimérico

# I) Formulação dos concretos

a) Concreto geopolimérico leve (CGL). Utilizou-se a AG III com traço 1:2:0,5, em concentração de 8 mol de NaOH, dissolvendo-o diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. A metodologia adotada na dosagem do CGL foi o uso de porcentagem de agregados, em volume do concreto.

Variou-se o volume em 20%, 30%, 40% e 60% de AAE no CGL. Para o referido cálculo, foi necessário conhecer a massa específica (ME) do AAE. A partir dessa informação, determinavamse as respectivas quantidades. Esses traços foram testados na cura em temperatura ambiente (TA~22 °C), T 50 °C e T 100 °C.

A proporção do traço foi de: argila calcinada (AP): areia: agregado leve (AAE): biativador (NaOH + Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). A massa específica (ME) dos materiais utilizada nos cálculos foi de: AP =  $2,61 \text{ kg/dm}^3$ ; areia =  $2,66 \text{ kg/dm}^3$ ; AAE  $0,96 \text{ kg/dm}^3$  e do biativador (BTV) =  $1,47 \text{ kg/dm}^3$ .

b) Concreto geopolimérico normal (CGN). Com o objetivo de comparar o desempenho da resistência mecânica e o fator de eficiência (FE) do CGL, foi preparado um concreto geopolimérico normal (CGN) com o traço com 30% em volume de agregado de brita granítica (ABG) para ser comparado com o de 30% em volume de AAE. Entende-se como fator de eficiência (FE) a razão entre a resistência à compressão e a massa específica. Esse traço foi testado apenas na temperatura de 50 °C e rompido na idade de 7 dias.

II) Preparo do concreto geopolimérico leve

A metodologia de preparo seguiu a mesma realizada com as pastas e com a AG. Ou seja, uma vez preparados previamente o ATV e a AP, adicionaram-se os agregados. Esses materiais foram misturados em ciclo inferior a 20 minutos.

Os passos foram: I – mistura manual entre o AP e o ATV por  $\sim 1 \text{ min}$  – nessa etapa, colocavase cerca de 70% do ATV; II – colocou-se a pasta na "argamassadeira" e misturou-se por  $\sim 5 \text{ min}$  – nesse momento, despejava-se a areia e parcialmente o AAE, além do restante do biativador (30%); III – descanso por  $\sim 3 \text{ min}$  – nessa etapa, com o material no balde, desfaziam-se manualmente os pequenos grumos que não haviam ficado bem homogeneizados; IV – segunda homogeneização mecanizada por ~5 min; V – finalizou-se com a moldagem dos CP, o que levou ~6 min.

Após a moldagem dos CP, eles permaneceram em repouso por 3 horas e, posteriormente, eram colocados em estufa de 50 °C±5. Os CP na T100 °C permaneceram 3 horas em temperatura ambiente e, após esse período, foram colocados em estufa de 50 °C±5 por 24 horas. Depois eram retirados da estufa, desmoldados rapidamente e retornavam para a estufa, mas desta vez na temperatura de 100 °C±5. As amostras eram cobertas com um pano úmido sobre os CP apenas nas primeiras horas. As mostras permaneciam na estufa até o sétimo dia para o seu rompimento.

# III) Conformação dos corpos de prova

Os CP foram apiloados com um soquete em três camadas, e cada camada recebeu 15 golpes. Cada CP possui diâmetro de Ø50x100 mm, com volume de ~ 192 ml. Antes de serem moldados, os moldes dos CP receberam desmoldante à base de óleo. A determinação da resistência mecânica (RM) e o procedimento de preparo dos CP se basearam nas NBR 5738 (ABNT, 2015) e 7215 (ABNT, 2019).

# 4.2.4 Caracterização tecnológica das pastas, das argamassas e dos concretos4.2.4.1 Ensaio de consistência das pastas e argamassas

O ensaio de consistência tem como objetivo caracterizar a fluidez da pasta e da argamassa, e pode ser medido utilizando-se o cone de Kanto, também chamado de mini-*slump*. Esse ensaio identifica, através do espalhamento da pasta, a trabalhabilidade no estado fresco. O ensaio foi realizado entre 8 e 10 minutos após a mistura para a realização do ensaio.

O mini-*slump* consiste em um pequeno funil com diâmetros de 20 e 40 mm, tendo altura de 60 mm. O cone é posicionado em uma mesa acrílica/vidro e preenchido pelo diâmetro menor. Imediatamente após seu preenchimento, o cone é subitamente levantado, permitindo o vazamento da pasta, que se espalha sobre a placa de acrílico. Mede-se o diâmetro do espalhamento em duas direções e calcula-se uma média. Assim procedendo, tem-se o índice de consistência para pasta e argamassa.

# 4.2.4.2 Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de água

A determinação das propriedades físicas como massa aparente (MAp), massa específica (ME), absorção de água (AA%) e índice de vazios (Iv%) baseou-se na NBR 9778 (ABNT, 2009). Foi pesada a massa do agregado em balança analítica com duas casas decimais e medido o volume do
recipiente, além da massa imersa das amostras. Para esses resultados foram utilizadas quatro amostras.

### 4.2.4.3 Resistência à compressão

Para o ensaio de resistência à compressão (RM) foi utilizado o equipamento EMIC-modelo DL 20000 N 10741 NS 078, com velocidade de compressão 0,45 MPa/s. Tal ensaio se baseou na NBR 5739 (ABNT, 2018). Para as pastas e argamassas foram rompidas, em todos os casos, quatro amostras. As amostras das pastas e argamassa foram de Ø 24 mm e altura 48 mm. Já o concreto geopolimérico foi de Ø5x10 cm.

### 4.2.4.4 Resistência à compressão da PST III e AG III diante de altas temperaturas (simulação

#### de incêndio)

Para esse ensaio, foram utilizados os mesmos preceitos utilizados no item 4.2.4.3. Após moldados os CP e passando por estufa de 50 °C, eles foram aquecidos em quatro temperaturas (300 °C; 500 °C; 700 °C; 900 °C), sendo rompidos quatro CP por temperatura. Simulando uma situação de incêndio, foi realizado um aquecimento rápido com taxa de 10 °C/min com um tempo de patamar de 60 minutos na temperatura máxima. Os testes foram realizados com a pasta III nos dois traços 1:0,5 e 1:0,7 e com a argamassa III nos dois traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7. O tempo requerido de resistência ao fogo (TRRF) foi baseado na NBR 14432 (ABNT, 2001). O ensaio visou materiais voltados para o uso na indústria da construção civil, baseando-se, portanto, na NBR 5628 (ABNT, 2022) quando cabível.

#### 4.2.4.5 Espectroscopia de Raman das pastas geopoliméricas I, II e III

Foi utilizado o espectrômetro de microRaman modelo Renishaw inVia spectrometer, com laser incidente de 532 nm focalizado na amostra por uma objetiva de 50x em temperatura ambiente. A faixa de frequência se deu na ordem de 100 a 3000 cm<sup>-1</sup>. O laser utilizado possui um diâmetro de aproximadamente 1µm.

Essa técnica de análise permite obter informações sobre a estrutura molecular, níveis de energia, ligações químicas, identificação e quantificação de elementos químicos e moleculares (SCHMID, T. *et al.*, 2013). O efeito Raman ocorre quando um feixe de luz monocromática incide sobre a amostra. Após a incidência, uma fração de luz é espalhada em diferentes comprimentos de ondas gerando uma mudança de energia vibracional, rotacional ou eletrônica de molécula – o que é registrado pelo equipamento. A Tabela 20 apresenta o comprimento de onda (bandas) e seus

espectros característicos (picos) encontrado por oito autores que utilizaram metacaulim ou outro precursor. Além disso, esses autores utilizaram como ativador o NaOH e/ou Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, servindo como um comparativo para os resultados desta pesquisa. No caso específico, a espectroscopia de Raman permite identificar as cadeias formadas, ou seja, os polissialatos (Si-O-Si), de modo que esse resultado possa ser correlacionado com a resistência mecânica, avaliando-se o efeito das concentrações de ativadores e a adição de água. Para análise e identificação dos espectros nas pastas geopoliméricas, foi utilizado bancos de dados como Rruff.info, Spectrabase, Instanano e artigos que tratam da espectroscopia em cimentos geopolíméricos e álcali-ativado.

Bandas	Karuppaiyan	Cligny, Q.	Zhang, K.	Dubyey, L.	Moutaoukil	Halasz, I	Halasz, I	Hunt, J.D
(cm-1)	(2024)	(2023)*	(2023)	(2024)	(2023)	(2010)	(2007)	(2011)
[0-300]		340				142;174;197; 213;251;248	143;185;223;268 270	_
[300-600]	389;400;412; 422;428;456; 507;592	440;450;500; 540;590		395;513;	567;574;	410;430;450; 526;543;592;	347;350;421;447; 450;451;455;460; 535;542;588;	587;590
[600-900]	605;639;649; 686;862;877; 881;885	600;780;840; 880	660;670;710; 830;883	636;660;		605;777;781;780; 785;801;830;865; 870;880	600;606;607;643; 695;706;712;736; 756;761;764;769; 771;780;783;801;	600;611;613;679; 680;694;742;753 756;785;847;851; 858;875
[900-1200]	971;976;983; 993;1073;1074; 1087;1089;1193; 1198;1199	930;1020; 1050	930;1060;1070; 1080;1090	:	1054	900;910;920;929; 950;965;1008; 1022;1027;1030; 1036;1071;1100; 1149; 1150;1170; 1190;	910;927;931;940; 935;936;972;975; 1010;1022;1027; 1043;1068;1084; 1145;1150	922;928;934;935; 940;946;961;971; 1022;1047;1086; 1141
[1200-1500]	1211;1329;1372; 1380			1340	1366;1379; 1400	1241	1210;1236;1237 1240	
[1500-1800]								
[1800-2100]				1570	2081			
[2100-2400]					2360			
[2400-2700]	2695			2680				

Tabela 20: Caracterização com espectroscopia de Raman em geopolímero conforme alguns autores

\* autor alega que são valores aproximados.

### 4.2.4.6 Caracterização da microestrutura por microscopia óptica e eletrônica da AG e do CGL

### I) Microscópio óptico

A caracterização por microscópio óptico buscou verificar a adesão entre a argamassa e os agregados. O e<sup>q</sup>uipamento utilizado foi Olympus BX41M-LED. As imagens foram realizadas nos concretos com 30% de agregado. As imagens realizadas são do CGL, CGN e da AG III com traço 1:2:0,5.

II) Microscópio eletrônico de varredura

Foi utilizado o equipamento da marca Hitachi, modelo TM3000, que possibilita análises microscópicas com aumento de até 30.000 vezes e que conta com um feixe de elétrons com

capacidade de 15 keV. As amostras foram fixadas nos suportes metálicos, tendo sido analisadas três amostras diferentes por traço. A análise química foi realizada por microssonda EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) da marca Oxford Instruments, modelo SwiftED3000, que possibilita análises elementares das amostras. O objetivo do seu uso foi verificar as ligações e pontes que se formam entre pasta e agregados miúdos e graúdos. É feita uma breve discussão comparando ainda a AG III, o CGL e o CGN.

### **5. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Neste capítulo, apresentam-se os resultados da análise das três pastas geopoliméricas com diferentes metodologias de elaboração. Após essa etapa, foram preparadas duas argamassas geopoliméricas, cujos resultados são mostrados posteriormente. Por último, conhecendo a melhor argamassa, foi desenvolvido o concreto geopolimérico leve utilizando agregado de argila expandida. Os resultados apresentados, na sua grande maioria, são uma média aritmética simples acompanhada do desvio-padrão do conjunto analisado. O número mínimo de amostras foi sempre superior a quatro e o máximo de seis.

### 5.1 PASTAS GEOPOLIMÉRICAS (PST)

As discussões e os resultados das pastas, neste tópico, foram divididos pelo tipo de ativador (NaOH dissolvido em água; NaOH dissolvido em água e no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>; NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) utilizado na mistura com o precursor (argila Pantano calcinada – AP). Os traços estudados foram 1:0,5 e 1:0,7. O valor 1 é a massa de argila de Pantano calcinada, e 0,5 ou 0,7 é a quantidade em massa do monoativador (NaOH+H<sub>2</sub>O) em relação à quantidade de argila.

### 5.1.1 Pastas com monoativador (PST I): NaOH dissolvido em água

Foram utilizados dois traços da PST I, o primeiro 1:0,5 e o segundo1:0,7, testados nas temperaturas ambiente (TA) e a 50 °C e rompidos nas idades de 4, 7 e 28 dias (dd).

### 5.1.1.1 Resistência mecânica

A Tabela 21 mostra a comparação entre as resistências mecânicas (RM) na concentração molar entre 6 e 12 mol e nas temperaturas de 50 °C e ambiente (~22 °C), utilizadas com o traço 1:0,5 (argila calcinada: quantidade em massa do monoativador (NaOH+H<sub>2</sub>O)). As Figuras 21 e 22 ilustram esses resultados.

RM (MPa) PST I	Temperatura	Idade (dias)	6 mol	8 mol	10 mol	12 mol
1:0,5	T50 °C	4	$3,78{\pm}0,32$	4,32±0,40	4,73±0,46	3,95±0,60
		7	4,06±0,26	4,08±0,32	4,66±0,37	3,16±0,36
		28	3,67±0,24	4,16±0,62	$4,82{\pm}0,48$	$2,12\pm0,49$
		4	0,41±0,06	0,43±0,12	$0,44{\pm}0,07$	0,50±0,04
	ТА	7	$0,78{\pm}0,15$	$0,78\pm0,11$	$0,85\pm0,14$	$0,84{\pm}0,07$
		28	$1,32{\pm}0,07$	1,29±0,09	1,25±0,12	$1,26\pm0,06$

Tabela 21: Resistência à compressão em MPa da PST I no traço 1:0,5. Variação da temperatura, da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol).



Figura 21: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,5 na T50 °C. Variação da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol).



Figura 22: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,5 em TA. Variação da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol).

Na Figura 21, observa-se que as pastas a 50 °C têm um aumento considerável de resistência em todas as concentrações e em todas as idades quando comparadas com os resultados à temperatura

ambiente (Figura 22). Analisando-se os dados na idade de 4 dias entre as temperaturas ambiente e a 50 °C na concentração de 10 mol, a resistência teve um aumento de 975% (4,73 e 0,44 MPa, respectivamente). O menor aumento de resistência mecânica ocorreu na concentração de 12 mol na idade de 28 dias, em que o aumento foi de 79%. Portanto, é fundamental encontrar a temperatura ideal de reação para precursores e sua relação com o ativador. Esses resultados estão de acordo com o indicado por alguns autores, que destacaram que a temperatura ideal de cura está entre 50 °C e 85 °C, dependendo do precursor, ativador e metodologia de dosagem (SK SYFUR, R. *et al.*, 2021; HATICE *et al.*, 2021; ZHANG, H.Y. *et al.*, 2021).

No traço 1:0,5 e com concentração de 10 mol de NaOH, a resistência mecânica atinge o seu máximo em todas as idades na temperatura de 50 °C, embora, considerando o erro experimental, não haja muita diferença em relação às outras concentrações molares. Na temperatura ambiente, as resistências são praticamente iguais (28 dias). Apesar dos bons resultados na concentração de 10 mol, essa concentração apresentou eflorescência, levando a indicar a concentração de 8 mol, por ser mais estável e por sua RM (~4,16 MPa) ser próxima a de 10 mol (~4,82 MPa).

Quanto ao fenômeno da eflorescência, muitas vezes ele orientará a escolha da melhor pasta, argamassa e concreto. Alguns autores apontam como um dos maiores desafios a serem controlados (YANGUANG, W. *et. al.*, 2019). Chindaprasirt (2022), citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), apresenta um estudo de como diminuir a eflorescência no CGL utilizando o hidrofugante estereato de cálcio. Outros autores alegam que o seu surgimento se dá em função de uma má homogeneização do ativador (RIBEIRO, D.V. *et al.*, 2021). A eflorescência pode também indicar um elevado teor de umidade e comprometer a integridade estrutural a longo prazo (MUGAHED, A. *et al.*, 2021).

A diminuição da resistência mecânica entre 10 mol e 12 mol (Figura 21) pode ser explicada devido ao seguinte fenômeno físico-químico: ao aumentar a concentração, a viscosidade também aumenta, o que gera uma precipitação do gel. Com isso, passa-se a diminuir o grau de geopolimerização, ou seja, a formação das cadeias de polissialatos passa a ser prejudicada ou mesmo inibida. Isso levará a resistências mecânicas menores quando a concentração do ativador for muito alta ou baixa (SINGH, N.B. *et al.*, 2020). Logo, na dosagem com materiais álcaliativados ou geopoliméricos, sempre existe uma concentração ótima. Além de certo limite, a resistência mecânica tende a diminuir.

A Tabela 22 e as Figuras 23 e 24 apresentam os resultados da pasta 1:0,7. Essa formulação permite uma melhor trabalhabilidade. No entanto, para concentrações de 10 e 12 mol aparecem

uma forte eflorescência e, além disso, microfissuras, sendo indicado trabalhar com a concentração de 8 mol. Portanto, novamente, apesar da resistência mecânica ser maior (~3,60 MPa) na concentração de 10 mol na idade de 28 dias, a eflorescência e as microfissuras foram significativas, levando a indicar como melhor escolha a concentração de 8 mol.

RM (MPa) PST I	Temperatura	Idade (dias)	6 mol	8 mol	10 mol	12 mol
		4	$1,68\pm0,26$	2,99±0,49	3,66±0,41	4,76±0,35
	T50 °C	7	2,99±0,19	$3,03{\pm}0,35$	3,66±0,36	4,57±0,51
7.(		28	$2,78{\pm}0,22$	$3,08{\pm}0,37$	$3,60\pm0,40$	$2,68\pm0,61$
1:0	ТА	4	$0,34{\pm}0,05$	$0,36{\pm}0,08$	0,41±0,05	0,45±0,12
		7	$0,58{\pm}0,11$	$0,56\pm0,13$	$0,64{\pm}0,08$	$0,62{\pm}0,08$
		28	$0,85{\pm}0,19$	$0,75{\pm}0,06$	0,96±0,11	$0,72{\pm}0,09$

 Tabela 22: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,7 (MPa). Variação da temperatura, da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol).



Figura 23: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,7 na T50 °C. Variação da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol).



Figura 24: Resistência à compressão da PST I no traço 1:0,7 em TA. Variação da idade de cura e da concentração de NaOH (6 a 12 mol)

As microfissuras podem ser atenuadas quando se diminui o fator de água efetivo e precursor (aef/p), a rampa de aquecimento e a temperatura adotada na cura (WYOM, P.Z. *et al.*, 2021). Além disso, manter certa umidade no processo de cura das amostras mostrou uma tendência a diminuir as microfissuras, pois a movimentação de água interna é mais lenta.

Ao se comparar a resistência mecânica entre as diversas pastas nos dois traços, independentemente da temperatura, verificou-se que as pastas no traço 1:0,7 tiveram uma menor resistência quando comparadas com as pastas em 1:0,5. Logo, a razão entre ativador e precursor (ATV/p) é outro fator que determina a resistência mecânica.

Conclui-se que a pasta (PST I) que atingiu a maior resistência foi no traço 1:0,5 na temperatura de 50 °C com uma concentração de 8 mol, uma vez que, em concentrações maiores de ativador, houve uma maior quantidade de eflorescência e microfissuras. No entanto, a RM foi inferior a 5 MPa, o que não tornaria possível ter um concreto geopolimérico leve (CGL) com aplicação estrutural, existindo a necessidade de novas formulações. Foram observados quatro fatores responsáveis pela resistência mecânica: temperatura de cura, idade de cura, traço e concentração molar do ativador. Deve ainda ser ponderada ou até mesmo descartada a ideia de que quanto maior a concentração do NaOH, maior será sua reatividade e, portanto, maior a resistência mecânica, devido aos problemas de microfissuras, eflorescência e precipitação do gel.

# 5.1.1.2 Avaliação da influência da concentração de NaOH na resistência mecânica segundo os parâmetros de Davidovits (PST I)

A resistência mecânica pode ser norteada e melhorada por algumas razões molares de referência entre precursores e ativadores. A Tabela 23 apresenta algumas dessas razões propostas por Davidovits, bem como os parâmetros e a RM das pastas curadas a 50 °C quando se altera a concentração molar de NaOH. Apresenta-se também, na tabela que segue, o fator de água efetivo/precursor (aef/p), que não é proposto por Davidovits, mas que ajuda a mostrar a variação de água que decorre da mudança de concentração molar do NaOH (RIBEIRO, D.V. *et al.*, 2021; LONGHI, M.A. *et al.*, 2019; CILLA M.S. *et al.*, 2014).

Γ.			Parâmetros de Davidovits							
LSd	NaOH	RM (MPa)	*SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O	Razão			
	(Mol)	28dd	3,5-4,5	020-0,28	0,80-1,20	10,0-25,0	aef/p			
	6	3,67	2,27	0,16	0,365	18,14	0,42			
),5	8	4,16	2,27	0,20	0,452	13,99	0,41			
1:(	10	4,82	2,27	0,23	0,525	11,56	0,39			
	12	2,12	2,27	0,26	0,596	9,80	0,37			
	6	2,78	2,27	0,22	0,503	18,45	0,60			
۲,(	8	3,08	2,27	0,27	0,621	14,28	0,57			
1:(	10	3,60	2,27	0,32	0,728	11,68	0,54			
	12	2,68	2,27	0,36	0,823	9,92	0,52			

Tabela 23: Influência de diferentes concentrações de NaOH (dissolvido em água) sobre a RM, comparação com os parâmetros propostos por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p). Pastas curadas a 50 °C PST I.

\*A sílica e a alumina vêm apenas da AP.

Na Tabela 23, ao analisar o traço 1:0,5, observa-se que somente as concentrações de 8 mol e 10 mol encontram-se dentro dos limites estabelecidos por Davidovits para os fatores Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O, embora tenham ficado fora dos limites de SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, como as outras concentrações. Nessas concentrações, os testes apontaram as maiores resistências mecânicas, ou seja, 4,16 MPa e 4,82 MPa, respectivamente.

Nos dois traços na Tabela 23, a razão  $SiO_2/Al_2O_3$  foi constante (2,27), formando estruturas geopoliméricas denominadas polissialato-siloxo (Si:Al = 2:1). Na busca de uma melhor eficiência da RM, é necessário o aumento do teor de sílica, formando o polissialato-dissiloxo (Si:Al=3:1) e, por consequência, atingindo os parâmetros mínimos conforme Tabela 23. Alguns autores afirmam que, de todas as referências molares, a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é a principal responsável pela RM e indiretamente pela durabilidade da pasta (MUGAHED, A. *et al.*, 2021; ASSI, L.N. *et al.*, 2020). O aumento dessa razão dependerá do tipo de precursor e/ou do ativador e suas combinações de concentrações.

A referência aef/p não é estabelecida por Davidovits, como já dito, mas permite conhecer o efeito que o teor de água efetiva (aef), em relação ao precursor, tem sobre a pasta. Ao se estabelecer um excesso ou falta de "água efetiva" entre o precursor e o ativador, dificulta-se a formação das ligações geopoliméricas, o que resultará em baixa resistência mecânica (SINGH, B. *et al.*, 2015).

Além dos parâmetros de Davidovits, outros autores também propuseram limites ou razões molares diferentes das mostradas na Tabela 23. Através desses parâmetros, é possível verificar previamente os melhores resultados que podem ser conseguidos pela análise das razões molares, sendo inclusive essas razões utilizadas como método de dosagem (DUXSON, P., 2007; TEIXEIRA, P.A., 2004; TEMUUJIN, J. *et al.*, 2009).

Desse modo, ao comparar as melhores resistências mecânicas alcançadas na temperatura de 50 °C com as razões molares de referência, verificou-se que as pastas 1:0,5 e 1:0,7 com 8 e 10 mol foram os traços que mais se aproximaram dos parâmetros previamente estabelecidos deles. Isso indica que é possível usar essas razões na orientação da dosagem da pasta geopolimérica, pelo menos quando se faz uso do monoativador.

Além da razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ser um dos fatores responsáveis pela RM e durabilidade, a concentração de hidróxido de sódio, ou seja, a sua molaridade, passa ser o próximo fator preponderante. Quando a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é constante e ao se utilizar apenas o monoativador à base de NaOH (ou KOH), verifica-se que o excesso ou a falta de NaOH provoca efeitos prejudiciais à RM do geopolímero, além de uma excessiva retração no processo de cura (PANIZZA, M. *et al.*,2018; YANGUANG, W. *et al.*, 2019).

## 5.1.1.3 Massa aparente (MAp), massa específica (ME), índice de vazios (Iv%) e absorção de água (AA%) da PST I

As Tabelas 24 e 25 apresentam as propriedades físicas das duas pastas 1:0,5 e 1:0,7, nas temperaturas ambiente e a 50 °C. À medida que se aumenta a concentração molar, aumenta-se a massa aparente e a massa específica dessas pastas. A pasta 1:0,5 não apresentou uma diferença significativa entre a MAp e a ME curadas à temperatura ambiente (TA), comparando-se com a cura à temperatura 50 °C. O mesmo efeito se observou na pasta 1:0,7, pois os resultados encontram-se próximos.

PST I	Temperatura °C	mol	MAp kg/dm³	ME kg/dm³	Iv %	AA% 72h
		6	1,51	1,51	$23,72{\pm}0,74$	14,25±0,52
	50	8	1,56	1,57	22,98±2,01	13,49±1,36
	30	10	1,61	1,61	$17,45\pm0,97$	$10,03\pm0,76$
),5		12	1,64	1,66	14,90±0,63	8,53±0,40
1:(		6	1,61	1,60	23,18±1,12	$14,\!48\pm\!0,\!23$
	T۸	8	1,62	1,64	$23,14\pm0,78$	$15,67\pm1,00$
	IA	10	1,62	1,64	16,89±1,24	$12,06\pm0,38$
		12	1,73	1,75	15,97±1,09	10,16±0,39

Tabela 24: Propriedades físicas da PST I 1:0,5 na TA e T50 °C

PST	Temperatura	Mol	МАр	ME	Iv	AA%
I	°C		kg/dm³	kg/dm³	%	72h
		6	1,51	1,53	24,04±0,39	14,15±0,38
	50	8	1,46	1,54	21,82±0,88	13,92±0,52
	50	10	1,47	1,57	23,12±0,34	14,25±1,20
7,7		12	1,50	1,56	22,20±0,18	13,87±0,32
1:(		6	1,49	1,49	23,32±1,04	14,08±0,79
	ΤA	8	1,49	1,53	20,06±0,95	13,89±0,53
	IA	10	1,50	1,54	21,26±0,57	11,80±0,32
		12	1,50	1,55	19,54±1,08	11,91±0,64

Tabela 25: Propriedades físicas da PST I 1:0,7 na TA e T50 °C

Em geral, o traço 1:0,7 apresentou o índice de vazios (Iv%) e a absorção de água (AA%) superiores aos do traço 1:0,5. Isso se deu devido ao volume de ativador utilizado, uma vez que, após as reações químicas, a perda de água tende a deixar vazios e um maior volume de poros abertos. A Figura 25 atesta o maior volume de ativador no traço 1:0,7 quando comparado com o volume no traço 1:0,5, apresentado na Figura 26. Quanto ao efeito da temperatura, observou-se que a 50 °C, a AA% foi levemente maior do que a AA% na temperatura ambiente.



Figura 25: Pasta 1:0,7 com excesso de ativador após 2 horas.



Figura 26: Pasta 1:0,5 com quantidade "ideal" de ativador após 2 horas.

### 5.1.1.4 Consistência da PST I (NaOH dissolvido em água)

No ensaio de mini-*slump*, foi verificado o índice de consistência, ou seja, quão autoadensável é a pasta geopolimérica utilizando-se o monoativador NaOH. De acordo com a Tabela 26 e a Figura 27, o grau de espalhamento do traço 1:0,7 foi superior ao do traço 1:0,5. Tal situação já era esperada, já que, ao se verificar a moldagem das amostras no traço 1:0,7, observou-se um excesso de ativador (Figura 25). Ao se aumentar a concentração molar (6, 8, 10 e 12 mol), aumenta-se a viscosidade, diminui-se a quantidade de água efetiva e, assim, diminui-se o espalhamento (KIRAN KUMAR, N.L.N. *et al.*, 2023). Isso ficou evidente no traço 1:0,7, em que a Figura 27 mostra uma reação inversamente proporcional entre concentração molar e espalhamento. No traço 1:0,5, isso não ficou tão evidente. A Figura 28 apresenta o ensaio do mini-*slump*, em que é possível verificar o espalhamento.

Portanto, o espalhamento é regido por dois parâmetros, que se relacionam com a quantidade de líquido e a viscosidade. O primeiro, e mais significativo, é a quantidade de ativador (0,5 e 0,7): quanto maior a quantidade de ativador, maior será o espalhamento. O segundo parâmetro é o aumento da viscosidade que ocorre em consequência ao aumento da concentração molar: o aumento da concentração molar leva a um menor espalhamento, ou seja, o espalhamento é inversamente proporcional ao aumento da concentração molar.

рст і		Espalham	ento (cm)	
PSI 1	6 Mol	8 Mol	10 Mol	12 Mol
1:0,5	13,80±0,63	13,30±0,07	13,55±0,84	12,99±0,13
1:0,7	18,64±0,66	$16,54{\pm}0,98$	15,74±1,04	$15,88{\pm}0,68$

Tabela 26: Espalhamento (cm) da PST I nos dois traços com monoativador (NaOH) em diferentes concentrações molares.



Figura 27: Espalhamento do ensaio de mini-*slump* entre as pastas com monoativador em diferentes concentrações molares.



Figura 28: Ensaio de mini-slump na PST 1:0,5 com 10 mol e seu espalhamento.

### 5.1.2 Pastas com biativador (PST II): NaOH dissolvido em água e no Na2SiO3

Foram utilizados dois traços da pasta II, o primeiro 1:0,5 e o segundo a 1:0,7, na temperatura de 50 °C, nas idades de 4, 7 e 28 dias e com cinco razões mássicas entre NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Fixou-se a concentração do NaOH em 8 mol. A principal razão de se utilizar biativadores (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) é aumentar a razão molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a fim de se aumentar a resistência mecânica (RM).

### 5.1.2.1 Resistência mecânica em diferentes razões mássicas entre ativadores [NaOH: Na2SiO3]: pastas com NaOH dissolvido em água e no Na2SiO3 (solução líquida)

A Tabela 27 e a Figura 29 apresentam o aumento de resistência à compressão no traço 1:0,5. A partir da razão mássica 1:2, a resistência mecânica (RM) tende a diminuir. Constatou-se ainda o aparecimento de eflorescência a partir da razão 1:2,5. A razão 1:3 apresentou resistências à compressão menores ao ser compararada com as demais pastas produzidas, não justificando o seu uso.

O aumento da razão mássica levou ao aumento da resistência mecânica até atingir o valor de 16,68 MPa na razão 1:2 (7 dias). Após esse limite, a RM tende a diminuir. Logo, para o biativador também existe uma razão ideal entre hidróxido de sódio (dissolvido em água) e silicato de sódio. É significativo que, por meio de um estudo prévio, Priyanka (2020) e Rickard (2016), ambos citados na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), escolheram a razão mássica de 1:2 entre o hidróxido de sódio e o silicato de sódio na busca dos melhores resultados da RM. De fato, essa foi a melhor proporção, como será visto a seguir.

	11420103]. 11430 1.0,0.								
PST	[	[RM (MPa)]; NaOH com 8 mol dissolvido no Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> na T de 50 °C							
II	Idade	Rz=[1:1]	Rz=[1:1,5]	Rz=[1:2]	Rz=[1:2,5]	Rz=[1:3]			
10	4dd	7,02±0,81	$10,84{\pm}0,95$	$14,07\pm 2,09$	5,26±0,87	4,36±0,34			
:0;	7dd	8,66±1,88	13,07±0,28	$16,68\pm2,16$	11,04±1,11	3,94±0,36			
-	28dd	$11,81\pm1,34$	$14,25\pm0,52$	$16,02{\pm}0,96$	13,94±1,66	5,60±1,23			

Tabela 27: Resistência mecânica (MPa) em diferentes razões mássicas entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O): Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]. Traço 1:0,5.



Figura 29: Resistência à compressão da PST II no traço 1:0,5 em função da razão mássica entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O):Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>].

A Tabela 28 e a Figura 30 apresentam os resultados da pasta 1:0,7. A mesma tendência ocorreu neste traço, ou seja, para razões maiores que [1:2], a RM tendeu a diminuir. Porém, essa dosagem não se mostrou ideal, uma vez que a RM atingiu cerca de um terço da RM no traço 1:0,5.

	[1425103]. 114ç0 1.0,7.									
PST	[]	[RM (MPa)]; NaOH com 8 mol dissolvido no Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> na T de 50 °C								
Π	Idade	Rz=[1:1]	Rz=[1:1,5]	Rz=[1:2]	Rz=[1:2,5]	Rz=[1:3]				
7	4dd	3,13±0,58	4,97±0,32	7,12±0,56	5,88±0,73	3,16±0,37				
, Û	7dd	3,87±0,16	$5,86\pm0,28$	8,79±1,09	6,27±0,98	$3,54{\pm}0,82$				
-	28dd	$3,93{\pm}0,27$	6,07±0,23	9,32±0,53	7,49±1,18	3,63±0,43				

Tabela 28: Resistência mecânica (MPa) em diferentes razões mássicas entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O): Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]. Traço 1:0,7.



Figura 30: Resistência à compressão da PST II no traço 1:0,7 em função da razão mássica entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O): Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>].

O uso de silicato de sódio acelera o processo de dissolução do precursor que se encontra molecularmente instável e, ao mesmo tempo, eleva a quantidade de sílica (SiO<sub>2</sub>) no sistema; essa ação tende a elevar a RM de maneira geral, como já citado anteriormente. Por outro lado, o aumento de ativador de 0,5 para 0,7 eleva também a quantidade de água no sistema e pode inibir a formação de cadeias de polissialatos. Esse fenômeno tende a ser o responsável para que a RM na pasta 1:0,7 tenha sido inferior à da pasta 1:0,5 (STRUBLE, L. *et al.*, 2018).

Pode-se concluir que a RM da pasta II no traço 1:0,5 utilizando NaOH em 8 mol dissolvido em água e misturado com o Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> na razão mássica 1:2 apresentou o melhor desempenho com 16,02±0,96 MPa aos 28 dias. Essa RM se aproximou do valor de resistência mínima para uma formulação de um concreto estrutural leve, conforme a norma ACI 213R-14, a qual estabelece como resistência mínima à compressão 17 MPa e massa específica máxima de 1920 kg/m<sup>3</sup>. Portanto, é necessário a busca por novas formulações a fim de se alcançar maiores resistências para as pastas, de modo a se obter resistências de concretos estruturais (ASIL, M.B. *et al.*, 2022). Entretanto, é preciso pontuar que, nessa RM alcançada, há uma grande variedade de aplicações como, por exemplo, na estabilização de taludes e artefatos estruturais (QUEIROZ, L.C. *et al.*, 2022; FERRAZO, S.T. *et al.*, 2024). Quanto à pasta 1:0,7, apesar de sua RM ter aumentado com o uso do biativador, provavelmente sua RM foi afetada pelo excesso do fator ATV/p (0,7) ou, de forma mais específica, pelo fator aef/p.

### 5.1.2.2 Avaliação da razão mássica NaOH/Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> na resistência mecânica segundo os parâmetros de Davidovits (PST II)

A Tabela 29 traz uma relação entre a RM da PST II 1:0,5 e 1:0,7 e as referências molares que levam à melhor RM proposta por Davidovits, como mostrado para a pasta I, anteriormente, na Tabela 23. A razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é regida tanto pela sílica do precursor quanto pela do ativador. Porém, apesar desse aumento de 2,61 para 2,78, houve uma diminuição da resistência na razão 1:3. Resta, portanto, verificar as demais razões, pois não basta apenas aumentar a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, outras razões também influenciam a eficiência das ligações geopoliméricas

Tabela 29: Relação entre RM e diferentes razões molares entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O):Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>] em 8 mol de NaOH. Comparação com os parâmetros propostos por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p). Pastas curadas a 50 °C.

DOT				Parâmetros	de Davidovits		
PST II	RZ	RM (MPa)	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O	Razão
11	Mássica	28dd	3,5-4,5	0,20-0,28	0,80-1,20	10,0-25,0	aef/p
	1:1,0	11,81	2,61	0,13	0,34	16,43	0,36
S	1:1,5	14,25	2,68	0,12	0,32	16,97	0,35
;	1:2,0	16,02	2,72	0,11	0,31	17,43	0,34
-	1:2,5	13,94	2,75	0,11	0,29	17,86	0,34
	1:3,0	5,60	2,78	0,10	0,29	18,19	0,33
	1:1,0	3,93	2,74	0,17	0,47	16,66	0,50
	1:1,5	6,07	2,84	0,15	0,44	17,37	0,49
, Ô	1:2,0	9,32	2,91	0,14	0,42	17,97	0,48
-	1:2,5	7,49	2,95	0,14	0,40	18,35	0,47
	1:3,0	3,63	2,98	0,13	0,39	18,69	0,47

Em relação à PST I (Tabela 23), a PST II (Tabela 29) mostra uma aproximação da  $SiO_2/Al_2O_3$ em relação ao proposto por Davidovits, mantendo-se a  $H_2O/Na_2O$  dentro dos valores propostos, mas ainda fora dos intervalos de  $Na_2O/SiO_2$  e  $Na_2O/Al_2O_3$ .

Por outro lado, é notório a diminuição da resistência mecânica na pasta com traço 1:0,7 quando comparada com a do traço 1:0,5 (Tabela 29). Assim como na dosagem de cimento Portland, o fator água cimento (a/c) pode ser um indicador para alcançar uma hidratação completa do cimento, alcançando ótimas resistência mecânica e trabalhabilidade. Esse comportamento ocorre também no cimento geopolimérico. Contudo, na pasta geopolimérica, além do fator ativador precursor (ATV/p), outro indicador que precisa ser considerado é a razão água efetiva e precursor (aef/p). É possível ter, para um único fator ATV/p, diferentes razões entre a aef/p. Assim como os parâmetros propostos por Davidovits, o fator aef/p pode ajudar a alcançar a melhor eficiência e resistência mecânica de uma pasta, ou seja, a razão aef/p é mais um parâmetro na busca da melhor dosagem.

### 5.1.2.3 Massa aparente (MAp), massa específica (ME), índice de vazios (Iv%) e absorção de água (AA%) da PST II

Em geral, a massa específica da pasta 1:0,5 foi ~3% superior à da pasta 1:0,7 (Tabela 30). Esse aumento era esperado, pois, para o mesmo volume de pasta, haverá uma maior quantidade de precursor, o qual tem uma maior massa. Ao se comparar a absorção de água (AA%) e o índice de vazios (Iv%) entre a pasta 1:0,5 e a pasta 1:0,7, verificou-se que não houve uma diferença significativa entre as pastas. Quando se comparam com as mesmas razões molares, apesar de traços diferentes, não houve uma diferença significativa. Isso mostra que, apesar da massa específica dos ativadores ser diferente, essa diferença não foi suficiente para alterar a ME ou a AA% e o Iv% de forma expressiva.

PST	RZ	MAp	ME	Iv	AA%
Π	mássica	kg/dm³	kg/dm³	%	72h
	1:1,0	1,78	1,79	21,20±0,40	11,87±0,34
S	1:1,5	1,79	1,79	22,16±0,47	13,03±0,52
.0	1:2,0	1,77	1,79	24,20±0,19	13,37±0,07
1	1:2,5	1,78	1,81	21,79±0,28	10,97±0,54
	1:3,0	1,79	1,81	18,33±1,31	9,92±0,76
	1:1,0	1,74	1,78	18,36±1,72	10,31±1,09
	1:1,5	1,75	1,77	$18,18\pm0,32$	9,63±0,74
()	1:2,0	1,75	1,81	16,77±0,93	9,27±0,27
1	1:2,5	1,76	1,78	$20,34{\pm}0,30$	$10,16\pm0,08$
	1:3,0	1,77	1,78	$19,06\pm0,79$	$10,40\pm0,39$

Tabela 30: Propriedades físicas da PST II nos traços 1:0,5 e 1:0,7 em diferentes razões mássicas entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O): Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]

### 5.1.2.4 Consistência da pasta: NaOH dissolvido em água e no Na2SiO3

A Tabela 31 e a Figura 31 apresentam os resultados do ensaio de consistência. Verificou-se um maior espalhamento no traço 1:0,7 em relação ao traço 1:0,5. Ao se comparar o espalhamento entre a PST I e a PST II, há uma leve tendência de a PST II ter um espalhamento menor, mas ainda dentro do desvio-padrão. Isso indica que o fato de trabalhar com NaOH dissolvido em água e posteriormente em Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> com o objetivo de aumentar a resistência mecânica não afetou a trabalhabilidade. Ao se comparar os dois traços da PST II, observou-se que o aumento do ativador, de 0,5 para 0,7, aumentou o espalhamento da pasta, conforme verificado na Figura 31.

[(!::::::::::::::::::::::::::::::::::::	112 °) · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		ing on again t		0 511104101		
PST	Espalhamento (cm)						
II	Rz=[1:1]	Rz=[1:1,5]	Rz=[1:2]	Rz=[1:2,5]	Rz=[1:3]		
1:0,5	13,48±0,54	12,98±0,95	$12,28\pm0,81$	12,57±0,47	12,42±0,66		
1:0,7	16,16±0,36	$15,78\pm0,11$	15,62±0,73	$14,84{\pm}0,62$	15,01±0,29		

Tabela 31: Espalhamento da PST II em função do traço e da razão mássica entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O): Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]. NaOH dissolvido em água e misturado com o silicato.



Figura 31: Espalhamento (ensaio de mini-*slump*) em função do traço e da razão mássica entre ativadores [(NaOH+H<sub>2</sub>O): Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]. NaOH dissolvido em água e misturado com o silicato.

### 5.1.3 Pastas com biativador (PST III): NaOH dissolvido diretamente em Na2SiO3

Foram utilizados dois traços da pasta III, sendo o primeiro 1:0,5 e o segundo 1:0,7. Nesses dois traços, verificou-se a resistência mecânica com uma concentração molar do NaOH em 8 mol e 10 mol na temperatura a 50 °C e nas idades de 4, 7 e 28 dias. Nesse processo, o hidróxido de sódio foi dissolvido diretamente no silicato de sódio, já que ~62% da massa do hidróxido é composta de água. A razão mássica entre o NaOH e a solução de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> para 8 mol é de 1:5,03 e, para 10 mol, é de 1:4,03.

### 5.1.3.1 Resistência mecânica da PST III em função da concentração de NaOH

Na Tabela 32 e na Figura 32, observa-se que a resistência mecânica praticamente não se altera com a variação da concentração de 8 mol para 10 mol. Porém, ocorreu maior eflorescência e microfissuras na pasta com 10 mol ao se comparar com a resistência mecânica de 8 mol. A Figura 33 apresenta esse grau de eflorescência após 60 dias. Além disso, surgiram microfissuras em algumas amostras, conforme pode ser observado no segundo corpo de prova.

PST		8 Mol	10 Mol
III	Idade	RM (MPa)	RM (MPa)
5	4dd	39,03±2,52	38,28±3,42
:0;	7dd	40,16±3,10	39,11±2,59
1	28dd	43,18±3,18	41,81±5,67





Figura 32: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,5 em diferentes idades e com NaOH em concentração de 8 e 10 mol (NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>).



Figura 33: Amostra da PST III em concentração de 10 mol de NaOH (NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) após 60 dias. Fonte: O autor

A resistência mecânica na idade de quatro dias atingiu ~90% em relação à idade de 28 dias para as duas concentrações, não havendo diferença significativa ao se considerar o desvio-padrão. Face a isso, é possível usar essas primeiras idades como referência de resistência mecânica. É notório a resistência à compressão alcançada por essa metodologia de preparação das pastas, já que a RM máxima atingiu ~43 MPa na concentração de 8 mol, alcançando uma massa específica de 1,83 kg/dm<sup>3</sup>.

Como parâmetro de comparação, Nematollani (2017) produziu uma pasta de geopolímero para concreto leve utilizando gel expansivo, metacaulim e cinza volante, e conseguiu uma RM com 43,3 MPa, ME=1,84 kg/dm<sup>3</sup> (NEMATOLLANI, R.R. *et al.*, 2015; 2017). Outros estudos com pastas geopoliméricas utilizando biativador NaOH dissolvido em Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> e cinza volante como precursor e curados a temperatura de até 65 °C alcançaram uma RM até 56 MPa, (MUGAHED, A. *et al.*, 2021; ISMAIL, I. *et al.*, 2013). Considerando que nenhum aditivo foi inserido na pasta 1:0,5 e 8 mol, conclui-se um resultado plenamente satisfatório.

A Tabela 33 e a Figura 34 com a pasta 1:0,7 apresentam RM menor em comparação com a pasta 1:0,5, nas duas concentrações molares de 8 e 10 mol. Apesar desses valores serem inferiores, as resistências mecânicas ultrapassaram 20 MPa, que é a RM mínima para o dimensionamento de peças estruturais em concreto leve à base de cimento Portland, segundo a NBR 8953 (ABNT, 2015). Nesse sentido, a pasta 1:0,7, apesar da menor RM, pode ser considerada uma pasta para utilização estrutural.

Tabela 33: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,7 em diferentes idades e com NaOH em concentração de 8 e 10 mol (NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>)

conc	centração de		011.1102.0103)
PST		8 mol	10 mol
III	Idade	RM (MPa)	RM (MPa)
7	4dd	22,83±4,06	24,72±3,86
0,	7dd	$23,55\pm3,00$	28,29±2,81
1	28dd	24,68±1,98	26,85±2,63



Figura 34: Resistência à compressão da PST III no traço 1:0,7 em diferentes idades e com NaOH em concentração de 8 e 10 mol (NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>).

A resistência à compressão com concentração molar de 10 mol foi ~9% superior à concentração de 8 mol para a idade de 28 dias, mas praticamente dentro do desvio-padrão. Assim, não se justificaria a concentração de 10 mol, tendo em vista o aumento da eflorescência e de microfissuras na temperatura estudada (cura em 50 °C), além de maior consumo de NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.

## 5.1.3.2 Avaliação da variação da concentração do NaOH na resistência mecânica segundo os parâmetros de Davidovits (PST III)

Segundo a Tabela 34, a pasta 1:0,5 com variação molar de 8 e 10 mol não apresentou diferenças significativas, e a concentração de 8 mol obteve uma leve superioridade em sua RM (43,18 MPa). Ao se verificarem os parâmetros propostos por Davidovits, o traço que mais se aproximou das referências foi o da pasta 1:0,7, o qual, porém, teve uma resistência mecânica máxima de 26,85 MPa em 10 mol (NaOH). O mesmo ocorreu na análise mostrada na Tabela 29 com a pasta II. Consequentemente, os parâmetros propostos por Davidovits não são suficientes para indicar a melhor resistência à compressão para argila calcinada de Pantano (AP) e uso do biativador NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Diante dos resultados, o fator ativador/precursor (ATV/p) parece ser o principal motivo que levou a pasta 1:0,5 a apresentar uma RM maior do que a da pasta 1:0,7. No entanto, é preciso considerar também que o fator aef/p foi menor para o traço 1:0,5. É possível notar que, ao diminuir a quantidade de água (mas mantendo-se a quantidade de água necessária para a reação), maior será a resistência mecânica.

			Parâmetros de Davidovits				
PST	mol	RM (MPa)	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O	Razão
III		28dd	3,5-4,5	020-0,28	0,80-1,20	10,0-25,0	aef/p
),5	8	43,18	2,83	0,17	0,49	8,86	0,28
1:(	10	41,81	2,81	0,19	0,54	7,83	0,27
0,7	8	24,68	3,06	0,22	0,67	8,99	0,39
1:0	10	26,85	3,03	0,25	0,75	7,92	0,38

Tabela 34: Relação entre RM em concentrações de 8 e 10 mol de NaOH. Comparação com os parâmetros propostos por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p). Pastas III curadas a 50 °C.

### 5.1.3.3 Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção de água da PST III

Ao se utilizar o biativador em que o hidróxido de sódio foi dissolvido no silicato de sódio, houve um aumento na massa aparente (MAp) e na massa específica (ME) ao se comparar essa metodologia com as duas anteriores. Por outro lado, conforme mostra a Tabela 35, o índice de vazios (Iv%) e a absorção de água (AA%) foram bem menores quando comparados com os dos dois últimos métodos de preparação das pastas. Ao se reduzir o Iv% e a AA%, se promoverá aglomerantes com maior durabilidade, uma vez que a redução desses dois parâmetros dificulta, por exemplo, a propagação de trincas e fissuras provocadas pela infiltração de água e, até mesmo, a deterioração causada pela expansão ou contração quando há congelamento e descongelamento. Nos materiais geopoliméricos, a diminuição da AA% contribui ainda para aumentar a resistência a agentes químicos e a resistência em ambientes adversos (NEVILLE, A.M., 2016; NBR 6118, 2014; YANGUANG, W. *et al.*, 2019; HASSAN, A. *et al.*, 2020).

	(14011.1425103)						
PST	mol	МАр	ME	Iv	AA%		
III		kg/dm³	kg/dm³	%	72h		
),5	8	$1,84{\pm}0,01$	$1,84{\pm}0,01$	13,84±0,67	$7,52\pm0,40$		
1:(	10	$1,82{\pm}0,02$	$1,82{\pm}0,01$	$11,50\pm0,52$	6,32±0,32		
7,0	8	$1,72\pm0,02$	$1,86{\pm}0,05$	13,79±1,08	$7,42{\pm}0,79$		
1:(	10	$1,67\pm0,04$	$1,61\pm0,14$	$11,76\pm1,01$	7,36±0,98		

Tabela 35: Propriedades físicas da pasta III em função do traço e da concentração de NaOH de 8 e 10 mol (NaOH:Na2SiO2)

### 5.1.3.4 Consistência da pasta III

O índice de consistência da pasta III foi o menor de todos ao ser comparado com o das duas pastas anteriores, mesmo quando o fator ativador precursor (ATV/p) foi de 0,7. Isso ocorre porque a viscosidade do próprio ativador é elevada, formando uma pasta mais coesa, e porque o fator de água efetivo é menor na PST III. Aumentando-se a concentração molar de 8 para 10 mol, a diminuição do espalhamento é relativamente pequena e coerente com a redução do fator aef/p, encontrando-se dentro do desvio-padrão. Esse espalhamento, porém, é significativo quando comparado com o espalhamento das pastas I e II. A Tabela 36 e a Figura 35 apresentam essa comparação.

$(1NaO11.1Na_2SIO_3)$				
DST III	Espalhamento (cm)			
r 51 III	8 mol	10 mol		
1:0,5	6,27±0,18	6,08±0,53		
1:0,7	10,25±0,66	$10,13\pm0,43$		

Tabela 36: Espalhamento da pasta III em função do traço e da concentração de NaOH de 8 e 10 mol (NaOH:Na2SiO2)



Figura 35: Espalhamento (ensaio de mini-*slump*) da pasta em função do traço e da concentração de NaOH de 8 e 10 mol (NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>).

### 5.1.4 Análise da resistência mecânica das pastas geopoliméricas I, II e III

A Tabela 37 e a Figura 36 apresentam as melhores resistências à compressão dos três métodos utilizados de preparação das pastas na concentração de 8 mol de NaOH. A pasta I apresentou resistência mecânica (RM) superior em 10 mol de NaOH, mas dentro da margem de erro. A pasta III demonstrou um fator de eficiência (FE) de 23,6 MPa.dm<sup>3</sup>/kg, o qual é muito superior ao dos resultados das outras pastas, mas com um aumento na massa específica (ME).

Tabela 37: Comparação da RM e o seu fator de eficiência (FE) entre as pastas I, II e III. Cura em 50	°C e
aos 28 dias. Concentração de 8 mol do NaOH.	

PST	Características das pastas	RM	ME	FE
	geopoliméricas	MPa	kg/dm³	MPa.dm <sup>3</sup> /kg
Ι	NaOH dissolvido na água	4,16±0,62	1,57	2,65
II	NaOH dissolvido em água e no Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	16,02±0,96	1,79	8,94
III	NaOH dissolvido diretamente no Na2SiO3	43,18±3,18	1,82	23,60



Figura 36: FE e RM dos melhores resultados das PST I, II e III.

Considerando-se as três pastas desenvolvidas, a pasta 1:0,5 utilizando o hidróxido de sódio dissolvido diretamente no silicato de sódio com concentração de 8 mol e curada a 50 °C apresentou a maior RM (43,18 MPa), o maior FE (23,6 MPa.dm<sup>3</sup>/kg), os menores Iv% (~13,84%) e AA% (~7,52%), apresentando um bom índice de consistência (~6,27 cm), mas com uma massa específica mais elevada (1,82 kg/dm<sup>3</sup>). Diante desses resultados, a pasta III, com traço 1:0,5, será a pasta utilizada para a produção de argamassa geopolimérica no decorrer deste trabalho.

Os três fatores que mais influenciaram a resistência mecânica foram a temperatura de cura, a concentração molar e o fator ATV/p. A temperatura de 50 °C mostrou ser mais eficiente do que a temperatura ambiente. A concentração de 8 mol apresentou resultados maiores ou muito próximos quando comparados com os da concentração de 10 mol. Além disso, deve ser considerada a durabilidade, devido ao excesso de eflorescência e microfissuras, para maiores concentrações molares. Por fim, a diminuição do fator ATV/p levou ao aumento da RM.

Quanto às referências propostas por Davidovits, elas não se mostraram fatores decisivos para o aumento da resistência mecânica. As Tabelas 23, 29 e 34, vistas anteriormente, com variações da concentração de NaOH, da razão entre ativadores (hidróxido de sódio e silicato de sódio) e da razão entre precursor e ativador(es), apresentaram aumentos e reduções dos parâmetros de Davidovits sem apontar para uma direção em relação ao aumento da resistência mecânica. A bem da verdade, deve-se dizer, que embora próximos, alguns dos parâmetros ficaram fora dos intervalos sugeridos por Davidovits. Para enquadrá-los, seria necessário, principalmente, aumentar o teor de sílica do precursor. Por outro lado, o fator ATV/p se mostrou mais coerente e previsível, de modo que a sua diminuição levou ao aumento da RM, como mostra a Tabela 38. Além disso, Duxson (2007), conforme apresentado na Tabela 2, já tinha indicado uma razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1 a 5.Portanto, pode-se concluir que, em razão das altas resistências mecânicas alcançadas, a metodologia de preparação da pasta III foi a que melhor permitiu o desenvolvimento das reações geopoliméricas, formando as composições químicas e estruturas minerais dos polissialatos (Figuras 6 e 8).

				Parâmetros	de Davidovits	,	
PST	RM	Espalhamento	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O	Razão
1:0,5	(MPa)	(cm)	3,5 – 4,5	020 - 0,28	0,80 - 1,20	10,0 - 25,0	aef/p
Ι	4,16	13,30	2,27	0,20	0,45	13,99	0,41
II	16,02	12,28	2,72	0,11	0,31	17,43	0,34
III	43,18	6,08	2,83	0,17	0,49	8,86	0,28

Tabela 38: RM em concentrações de 8 mol de NaOH. Comparação com os parâmetros propostos por Davidovits e fator de água efetivo/precursor (aef/p). Traço 1:0,5. Pastas curadas a 50 °C em 28 dias. Pastas I e II na razão mássica 1:2 [(NaOH+H<sub>2</sub>O):Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>] e pasta III na razão mássica 1:5,03 (NaOH:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>).

### 5.1.5 Análise de espectroscopia de Raman das pastas geopoliméricas I, II e III.

A Tabela 39 trata das espécies de ligações formadas considerando as bandas que o espectro de Raman fornece, baseando-se no trabalho de Karuppaiyan (2024) e outros autores.

As estruturas também chamadas de espécie de aluminossilicatos são denomidas pela notação Q<sup>n</sup>, em que "Q" refere-se a uma estrutura X-O-X (X: Si ou Al). No caso da argila caulinítica, a maioria das estruturas é formada pelo silício ligado a oxigênios (Si-O), e "n" trata-se do número de oxigênios sem ponte, podendo variar de 0 a 4. À medida que os monômeros vão se ligando, vão se formando as cadeias geopoliméricas ou anéis. Os fatores que controlam as espécies ou estruturas são: (i) o teor de água, podendo ser considerada a água efetiva (aef/p); (ii) a razão molar entre Si/Na e; (iii) a concentração molar entre os ativadores (CLIGNY, Q; *et al.*, 2023; DUBYEY, L; *et al.*, 2024; KARUPPAIYAN, J; *et al.*,2024). Apesar da Tabela 39 ser norteadora por identificar as espécies de ligação e a correspondente banda, alguns autores apresentam outras ligações ou cadeias formadas para a mesma banda.

Estrutura/Espécie	Banda (cm <sup>-1</sup> )	Referência bibliográfica
Si-O (monômero)	639-649	SOUQUET, J.L et al., (2009)
Si-O-Si (TO-LO)	650-850	MYSEN, B.O. et al., (2005)
δs Si-O-Si (Q <sup>2</sup> )	660-710	ZHANG, K. et al., (2023)
vs Si-O (Q <sup>1</sup> )	830-930	ZHANG, K. et al., (2023)
Si-O-Si (Q <sup>1</sup> )	850-900	JEAN-FRANÇOIS, et al., (2014)
Si-O-Si (Q <sup>2</sup> C)	900-950	AGUIAR, H. et al., (2010)
Si-O-Si (Q <sup>2</sup> )	950-1000	GHARZOUNI, A. (2016)
Si-O-Si (Q <sup>3</sup> C)	1000-1050	ARNOULT, M. et al., (2018)
Si-O-Si (Q <sup>3</sup> )	1050-1100	MYSEN, B.O. et al., (2005)
vs Si-O (Q <sup>3</sup> )	1060-1080	ZHANG, K. et al., (2023)
Si-O-Si (Q <sup>4</sup> )	1120-1230	MYSEN, B.O. et al., (2005)

Tabela 39: Bandas características de geopolímeros e as estruturas formadas segundo Kurappaiyan (2024) e outros autores.

A Tabela 40 apresenta os picos encontrados nas pastas I, II e III e as Figuras 37, 38 e 39 a espectroscopia de cada uma das pastas respectivamente. A Figura 40 traz o espectro das três pastas em uma única imagem compreendendo um espectro entre 0-1500 cm<sup>-1</sup>.

amostra.						
Pastas Intervalos das bandas do espectro de Raman (cm <sup>-1</sup> )					cm <sup>-1</sup> )	
rastas	[0-300]	[300-600]	[600-900]	[900-1200]	[1200-1500]	
PST I	143	322;391;470	636	951	1326;1452	
PST II	143	405;470	642	-	1321	
PST III	143;298	405;470	630	-	1333	

Tabela 40: Espectroscopia de Raman das PST I, II e III. Resultados da identificação dos picos em cada

Ao analisar a PST I, conforme apresentado na Figura 37, é possível verificar uma banda tendo especificamente os picos 470 cm<sup>-1</sup> e 636 cm<sup>-1</sup> e além desses, outros picos foram identificados. Esse resultado é coerente, pois a PST I fez uso apenas de NaOH como ativador e contou apenas com a sílica (SiO<sub>2</sub>) do precursor. Isso levou a espécies de cadeias curtas ( $Q^0$ ;  $Q^1$ ), como os monômeros dispersos. Halasz (2007, 2010), em seus trabalhos, apresentou diversos picos nessa faixa de espectro, demonstrando que se trata de uma região característica de formação das primeiras cadeias do cimento geopolimérico. A espécie  $Q^4$  apresentou ainda uma banda próxima de 1326 cm<sup>-1</sup>, embora não tão bem definida.



Figura 37: Espectroscopia de Raman da PST I, utilizando monoativador de NaOH dissolvido na água com concentração de 8 mol com traço 1:0,5, curada na temperatura de 50°C, após sete dias.

A PST II utilizou o biativador [(NaOH+H<sub>2</sub>O)+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>]. Conforme se observa na Figura 38, entre o espectro 750 cm<sup>-1</sup> a 1500 cm<sup>-1</sup> não há a presença de estiramento assimétrico, característico do uso de silicato de sódio, no entanto, foi possível verificar a presença de uma banda próxima de 1321 cm<sup>-1</sup> suficientemente definida. No trabalho realizado por Karuppaiyan (2024), utilizando o ativador silicato de sódio e o precursor metacaulim foi identificado uma banda próxima de 1389 cm<sup>-1</sup>, portato, um pico ou "ombro" próximo ao identificado na pasta II. Esse autor afirma que nos cimentos geopolimérico e álcali-ativado é esperada a formação de determinadas cadeias ou anéis, mas quando essas não se formam, isso pode se dar em função do excesso de água. Esse excesso pode ter inibido a visualização de outros picos ao longo do espectro, o qual mostrou um estiramento assimétrico em 470 cm<sup>-1</sup>, 518 cm<sup>-1</sup> e 642 cm<sup>-1</sup>.

Apesar de existirem diferenças entre os espectros das PST I e II, notadamente, há alguns pequenos picos presentes na PST I que não se encontram na PST II. Quando são consideradas as principais bandas descritas na literatura (143; 470 cm<sup>-1</sup>, 518 cm<sup>-1</sup> e 642 cm<sup>-1</sup> etc.), o espectro Raman não mostra uma diferença significativa entres as PST I e II que justifique a diferença de

RM encontrada. Ao observar o pico 642 cm<sup>-1</sup>, Souquet (2009) alega que entre a banda 639-649 cm<sup>-1</sup> há a formação de monômeros com estrutura Si-O. No entanto, conforme Tabela 39, Mysen (2005) apresenta a estrutura Si-O-Si (TO-LO) entre a banda 650-850 cm<sup>-1</sup>, e Zhang (2023) afirma que há formação de uma cadeia ou anel do tipo  $\delta$ (Si-O) Q<sup>2</sup> entre a banda 660-710 cm<sup>-1</sup>. Considerando que a pasta II apresentou o pico 642 cm<sup>-1</sup> e o estudo realizado por Karuppaiyan (2024) mostrou leves variações entre os picos para a mesma estrutura, isso indica que é possível que as estruturas mais complexas citadas por Mysen (2005) e Zhang (2023) tenham sido formadas contribuindo para o aumento da resistência à compressão. A questão de um leve deslocamento de picos é perfeitamente normal ocorrer, é por isso que se analisa por bandas a espectroscopia de Raman. Moutaoukil (2023), por exemplo, demonstrou que um pico pode ser deslocado quando o material é exposto a altas temperaturas. Já Karuppaiyan (2024), utilizando dopantes, demonstrou o deslocamento dos picos em suas análises.



Figura 38: Espectroscopia de Raman da PST II, utilizando biativador de NaOH dissolvida na água com concentração de 8 mol e posteriormente misturado com o Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> na razão mássica de 1:2 [ (NaOH+H<sub>2</sub>O) +Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>] com traço 1:0,5, curada na temperatura de 50°C, após sete dias.

A PST III possui uma sucessão de estiramentos assimétricos muito bem definidos conforme Figura 39. O pico 298 cm<sup>-1</sup> foi também identificado por Halasz (2007, 2010), além disso, há um estiramento assimétrico em 630 cm<sup>-1</sup> formando um monômero Si-O, conforme Tabela 39. Destacase que a principal diferença dessa pasta das demais é o estiramento assimétrico em 1333 cm<sup>-1</sup>, pois mostra que houve a formação de uma estrutura do tipo Si-O-Si (Q<sup>4</sup>) e ao mesmo tempo uma excelente reatividade. Segundo Vidal (2016), para se obter estruturas do tipo Q<sup>3</sup> ou Q<sup>4</sup>, como produzida pela pasta III, depende do nível de diluição entre ativadores e, posteriormente, da lixiviação entre ativador e precursor. A alta resistência à compressão com a pasta III de 43,18±3,18 MPa é justificada pela formação de estrutura da espécie Si-O-Si (Q<sup>4</sup>) identificada no Raman.

Ao se diluir o hidróxido de sódio diretamente no silicato de sódio, a quantidade de água efetiva (aef/p) diminui, permitindo a maior formação de cadeias ou anéis. Na PST III a razão aef/p = 0,28, já na pasta II a razão aef/p = 0,34, conforme Tabela 38. O efeito deletério de um excesso de água já tinha sido observado por Karuppaiyan (2024). Assim, a melhor dosagem foi obtida pela pasta III, o que pode ser justificado pela espectroscopia de Raman, destacando-se o pico 1333 cm<sup>-1</sup>. Pode-se salientar que Karuppaiyan (2024) utilizando metacaulim e um dopante identificou o pico 1380 cm<sup>-1</sup> e, ao mesmo tempo, alcançou maiores resistências mecânicas. Na Tabela 20, alguns autores também identificaram estiramentos próximos da banda 1333 cm<sup>-1</sup>. Moutaoukil (2023), por exemplo, identificou estruturas do tipo Si-O-Si e Si-O-Al (polissialatos) com pico ~1340 cm<sup>-1</sup> em geopolímeros.



Figura 39: Espectroscopia de Raman da PST III, utilizando biativador de NaOH dissolvido diretamente e misturado com o Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> na razão mássica de 1:5,03 [(NaOH+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>] com traço 1:0,5, curada na temperatura de 50°C, após sete dias.

A Figura 40 permite comparar a espectroscopia das três pastas. Apesar do pico 143 cm<sup>-1</sup> surgir nas três pastas, esse não se relaciona com a ligação geopolimérica, estando relacionado com água ou umidade no equipamento ou material. Nas três pastas há um pico comum, isto é, a 470 cm<sup>-1</sup> e uma banda comum com picos muito próximos compreendendo entre 620-650 cm<sup>-1</sup> aproximadamente. É possível observar na banda entre 1310-1340 cm<sup>-1</sup> um estiramento culminando com um pico ou nível de cristalização na pasta III. Esse mesmo pico com menor cristalização foi identificado na pasta II, e essa observação é importante, pois as duas pastas utilizaram o biativador, diferindo entre elas na concentração mássica entre ativadores e, por consequência, na diminuição de água efetiva (aef/p). Portanto, o pico em 1333 cm<sup>-1</sup> pode ser relacionado com a maior RM alcançada com a PST III, uma vez que, como dito, representa a formação de estrutura da espécie Si-O-Si (Q<sup>4</sup>).

A comparação entre as três pastas permite ainda verificar outros pontos em comum e o desenvolvimento de cadeias que levarão a uma maior RM. A posição desses estiramentos e suas características permitem identificar as estruturas geopoliméricas que se formam entre Si, Al e O.



Figura 40: Espectroscopia de Raman das pastas I, II e III, curada na temperatura de 50°C, após sete dias.

### 5.2 ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS

No estudo das argamassas geopoliméricas (AG), foi utilizado o NaOH dissolvido diretamente no silicato, como mostrado na preparação da pasta III. A formulação da argamassa se diferencia da formulação da pasta – conforme é conhecido nas formulações com cimento Portland – pela adição de um agregado fino, que, normalmente, é a areia. O uso da areia como um elemento que preenche os vazios e solidariza as partículas é muito desejado na formulação de argamassas, e também na de concretos, melhorando o seu desempenho e trazendo inúmeras vantagens tanto técnicas quanto econômicas (AGUILAR, R.A. *et al.*, 2010; BAUER, F.L.A., 2019).

É importante ressaltar que, no Brasil, até o momento, poucos trabalhos abordam o estudo do "concreto" geopolimérico ou álcali-ativado. A maioria deles permanece apenas com o estudo da pasta, ou seja, a mistura entre precursor e ativador, de modo que se torna necessário o avanço nas pesquisas para que se produza uma "argamassa", como é concebida a sua definição. (VARGAS A.S. *et al.*, 2007; LOT, A.V. *et al.*, 2015; AZEVEDO, A.G. *et al.*, 2017b).

### 5.2.1 Argamassa com biativador (AG III): NaOH dissolvido no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>

Ao se utilizar o NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> da pasta III, obteve-se uma resistência mecânica (RM) suficientemente elevada para aplicação estrutural. Para o estudo da argamassa geopolimérica (AG III), foi utilizada a concentração de 8 mol de NaOH em quatro traços – 1:1:0,5; 1:2:0,5; 1:1:0,7; e 1:2:0,7 – relativos à quantidade em massa do precursor (argila AP calcinada): areia: biativador. Foi verificado o comportamento da resistência mecânica (RM) em função da temperatura de cura a 50 °C e na temperatura ambiente (TA ~22 °C). Como é conhecido, a areia facilita a secagem, assim optou-se por investigar a necessidade do aquecimento em estufa a 50 °C, embora essa condição tenha sido vantajosa na preparação das pastas.

### 5.2.2 Resistência mecânica da AG III

A Tabela 41 apresenta a resistência mecânica nas temperaturas de cura ambiente e a 50 °C. Fica evidente que o aumento da temperatura de 50 °C foi o principal responsável pelo aumento da RM da argamassa. No traço 1:1:0,7, ocorreu o maior aumento da RM, com ~251% em relação à temperatura ambiente. Alguns autores indicaram que o aumento da RM de argamassas geopoliméricas pode ser conseguido pelo aumento de temperatura, sendo a temperatura ideal entre 40 °C a 85 °C (PINTO, A.T., 2006).

As Figuras 41 e 42 apresentam a RM nos traços estudados em função da temperatura e da idade de cura. Pode ser observado que a RM praticamente não varia em função do aumento das idades (7, 14 e 28 dias). Logo, as argamassas geopoliméricas, ao serem curadas na temperatura "ideal", podem ser consideradas como obtendo a RM máxima já na idade de 7 dias.

A maior resistência mecânica ocorreu com o traço 1:1:0,5, com 35,88 MPa, e a segunda maior RM foi no traço 1:2:0,5, com 34,71 MPa. As diferenças entre essas resistências estão dentro do desvio-padrão. O traço 1:2:0,5, no entanto, tende a ser mais interessante, pois, apesar de ter o dobro da quantidade de areia na formulação, sua resistência pouco se alterou.

Traço AG III	Temperatura °C	7 dd MPa	14 dd MPa	28 dd MPa
1.1.0.5	T 50 °C	37,33±2,01	37,01±1,74	35,88±1,79
1.1.0,5	TA	$12,33\pm1,50$	10,72±1,97	$10,84{\pm}1,58$
1.2.0.5	T 50 °C	33,75±2,98	34,02±2,03	34,71±2,08
1:2:0,5	TA	$11,51\pm1,00$	11,67±1,64	$11,07\pm1,01$
1.1.0 7	T 50 °C	23,14±2,58	24,04±1,16	23,78±2,13
1.1.0,7	TA	6,16±1,17	$6,00\pm0,87$	6,78±0,42
1.2.07	T 50 °C	$18,02\pm2,76$	16,02±1,87	16,22±1,24
1.2.0,7	TA	3,87±0,93	5,32±1,47	$5,66\pm 1,60$

Tabela 41: Resistência à compressão da argamassa (AG III). NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.



Figura 41: Resistência à compressão da AG III em função do traço e da idade em T 50 °C.



Figura 42: Resistência à compressão da AG III em função do traço e da idade em TA.

### 5.2.3 Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção de água da AG III

A quantidade de água no biativador NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> é relativamente pequena e menor do que as quantidades utilizadas nas pastas estudadas anteriormente (PST I e II). Desse modo, a argamassa AG III perderá pouca água, elevando sua ME. A Tabela 42 traz os resultados da AG III para cada um dos traços.

Raza (2024) realizou estudos de absorção (AA%) com argamassas geopoliméricas e com cimento Portland contendo diferentes quantidades de precursores e ativadores por um período de 42 horas. A AA% em todas as suas amostras para os dois materiais oscilou entre 9% e 19%. Ao se comparar com a Tabela 42, a maior absorção foi ~5% para um período de 72 horas.

Estudos realizados por Lu L. et al. (2023) mostram resultados de Iv% para uma argamassa de cimento Portland e com adição de metacaulim, na idade de 28 dias, oscilando entre ~16% e ~10%. Os valores apresentados, na sua grande maioria, são maiores quando comparados com os dados de todas as AG III desenvolvidas, mesmo quando o autor fez uso de metacaulim. Nesse sentido, os resultados alcançados na presente pesquisa são compatíveis e promissores.

AG III Traco	MAp kg/dm³	ME kg/dm³	Iv %	AA% 72h
1:1:0,5	1,97±0,02	1,95±0,00	10,19±0,22	5,23±0,10
1:2:0,5	$1,98\pm0,02$	2,07±0,04	11,35±1,17	5,48±0,59
1:1:0,7	1,94±0,03	1,95±0,03	9,89±0,33	5,07±0,23
1:2:0,7	$1,98{\pm}0,03$	$2,03\pm0,02$	$7,13\pm0,42$	3,51±0,23

Tabela 42: Propriedades físicas da AG III. Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de água.

#### 5.2.4 Consistência da AG III

Espalhamento AG III (cm)

Os resultados apresentados na Tabela 43 e na Figura 43 mostram que a AG III apresentou uma maior consistência (menor espalhamento) quando comparada com a consistência das pastas que lhe deram origem. O traço 1:2:0,5 não sofreu qualquer espalhamento, mantendo o formato do diâmetro do cone ("espalhamento" 4 cm).

rabela 43: Comparação entre o indice de consistencia da AO III e da PST III				
Traço da AG III	1:1:0,5	1:1:0,7	1:2:0,5	1:2:0,7
H= (ATV/m*)	0,25	0,35	0,17	0,23

6,18±0,47

índice de consistênci AC III . 1. DOT III

6,27±0,18 6,27±0,18  $10,25\pm0,66$ Espalhamento PST III (cm) "m\*" refere-se à soma das massas da argila de Pantano e da areia.

8,73±0,29

5,56±0,23

10,25±0,66



Figura 43: Comparação entre a consistência da PST III e da AG III.

A Figura 44 apresenta uma das bateladas do traço das quatro argamassas geopoliméricas, moldadas e observadas ~3 horas antes de sua inserção na estufa a 50 °C. É notório que o traço 1:2:0,5 é mais consistente que os demais, de modo que foi necessário um processo de adensamento para sua conformação. Como dito, esse traço não apresentou espalhamento, não podendo ser considerado autoadensável, uma vez que a argamassa manteve o formato do cone do teste de mini*slump*. Os traços das argamassas 1:1:0,5 e 1:1:0,7 demonstraram uma maior fluidez, não sendo necessário o seu adensamento, principalmente o traço da AG 1:1:0,7. Ambos apresentaram um leve filme do ativador por volta das 3 horas quando foram para estufa, e se observou ainda uma maior coesão ao se comparar com as pastas 1:0,5 e 1:0,7. Quanto ao traço 1:2:0,7, observou-se um leve espalhamento ao se aplicar o mini-*slump*.

Os traços das argamassas 1:1:0,5 e 1:1:0,7 demonstraram uma maior fluidez, quando comparados com os traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7, devido à maior adição de areia desses últimos. Quando se compara o espalhamento entre a pasta com o traço 1:0,5 e argamassa com o traço 1:1:0,5, percebe-se que seus espalhamentos foram relativamente próximos. Isso indica que adição de areia em quantidade próxima ou igual à do precursor teve pouca influência na trabalhabilidade da argamassa. Esse mesmo efeito foi observado entre o traço da pasta 1:0,7 e da argamassa 1:1:0,7, mas com menor intensidade. Portanto, os traços 1:1:0,5 e 1:1:0,7 obtiveram espalhamentos próximos ou levemente inferiores aos da sua pasta, e o traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7 apresentaram uma maior consistência (menor espalhamento), ou seja, *menor* trabalhabilidade <sup>(2)</sup> quando comparado com suas respectivas pastas.

<sup>(2)</sup> Trabalhabilidade: é a facilidade com que um dado conjunto de materiais pode ser misturado formando o concreto com o mínimo de perda de homogeneidade. Pg 173. (CARVALHO, E.F.T., 2012



Figura 44: Moldagem de AG e observação após 3 horas antes de ser inserida na estufa a 50 °C.

As Figuras 45, 46 e 47 apresentam o ensaio do mini-*slump*. Todos os ensaios foram feitos em menos de 20 minutos após a sua mistura, pois é fato que, após esse período, o espalhamento começa a diminuir devido à reação de pega do geopolímero, como consequência de sua alta reatividade.



Figura 45: Espalhamento do ensaio de mini-slump com a PST III nos traços 1:0,5 e 1:0,7.



Figura 46: Espalhamento do ensaio de mini-slump com a AG III nos traços 1:1:0,5 e 1:1:0,7.



Figura 47: Espalhamento do ensaio de mini-slump com a AG III nos traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7.
### 5.2.5 Fator de eficiência das argamassas geopoliméricas

A Tabela 44 e a Figura 48 apresentam os melhores resultados de resistência à compressão da AG II e da AG III, a fim de se verificar a influência da preparação da pasta na resistência mecânica da argamassa. Os resultados completos da AG II são apresentados no ANEXO I, não sendo apresentados nesse item, porque já eram esperados melhores resultados com a AG III, em razão da maior RM da PST III. A AG II teve uma RM suficiente para a produção de artefatos de concreto estrutural. Argamassas para essa aplicação estão entre 4-8 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Em argamassas para acabamento como emboço, reboco e, em especial, ao se fazer uso da cal, a resistência mecânica necessária é relativamente baixa (~4 MPa) e o seu fator de eficiência é na ordem de 2-4 MPa.dm<sup>3</sup>/kg (PETRUCCI, E.G.R., 1998).

Tabela 44: Comparação de RM entre as argamassas e o seu fator de eficiência

AG	Características das argamassas geopoliméricas utilizando biativadores	RM MPa	ME kg/dm <sup>3</sup>	FE MPa.dm <sup>3</sup> /kg
II	(NaOH+H <sub>2</sub> O):Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ; T 50 °C; traço 1:2:0,7; 8 mol	9,24	2,02	4,57
III	NaOH: Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ; T 50 °C; traço 1:2:0,5; 8 mol	34,71	2,07	16,77



Figura 48: FE e RM dos melhores resultados com as duas argamassas.

Embora o objetivo desse trabalho seja produzir uma argamassa geopolimérica que irá subsidiar a produção do concreto geopolimérico leve (CGL), ao analisar as normas aplicadas a argamassas à base de cimento Portland, verifica-se que a BS EN 413-1 e a ASTM C 91 classificam as argamassas em três classes, em função da RM aos 28 dias, podendo variar entre (I) 5 a 12,5 MPa; (II) 12,5 a 22,5 MPa; e (III) 22,5 a 42,5 MPa. Nesse sentido, a AG II e a AG III atendem aos padrões da norma mais restritiva (classe III), podendo ser aplicadas com função estrutural – por exemplo, nas construções a seco e em argamassas estruturais. Quanto ao tempo de endurecimento e à trabalhabilidade exigidos pela norma, esses podem ser controlados pela composição dos materiais e pelas razões molares (XIE, J. *et al.*, 2014; FERREIRA, W.M. *et al.*, 2022). A AG III mostrou também um alto fator de eficiência (FE), compatível com o de argamassas à base de cimento Portland. Trabalhos realizados com argamassas de concreto leve utilizando cimento Portland foram estudados por Rodrigues (2018) e revelaram argamassas alcançando um FE entre 8-12 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Acima desse FE, há um maior rendimento (ROSSIGNOLO, A.J., 2009; CASTRO, C.Q.C. *et al.*, 2018). A AG III apresenta um FE de 16,77 MPa.dm<sup>3</sup>/kg, e esse fator de eficiência se encontra dentro da faixa de 10-25 MPa.dm<sup>3</sup>/kg, sendo, assim, considerado um FE aplicado aos concretos leves estruturais à base de cimento Portland.

No trabalho de Saba (2021), com hidróxido de sódio e silicato de sódio com razão  $SiO_2/Al_2O_3$ = 3,95, utilizando metacaulim como precursor e incorporador de ar e aditivo (código LF), foi obtida uma RM = 34,1 MPa na idade de 28 dias. Zhang (2021), utilizando metacaulim, aditivos e biativadores e testando diversos traços, atingiu resistências de 11,6 MPa a 48,2 MPa. Isso confirma o bom resultado da argamassa AG III, já que ela atingiu resultados próximos de resistência mecânica. Salienta-se que a formulação da AG III não utiliza aditivos nem qualquer adição. Além disso, precursores como o metacaulim comercial normalmente têm maior razão  $SiO_2/Al_2O_3$  e maior pureza, o que pode levar a uma reatividade maior do que a das argilas calcinadas, como a utilizada no presente trabalho.

Em conclusão, das duas argamassas geopoliméricas, a AG III com traço 1:2:0,5 na temperatura de cura de 50 °C apresentou os melhores resultados, atingido uma RM de 34,71 MPa. O FE da AG III foi de 16,77 MPa.dm<sup>3</sup>/kg, resultado que indica seu potencial em uso estrutural. O Iv% e a AA% da AG III foram, respectivamente, 11,35% e 5,48%, ou seja, inferiores em comparação com a AG II e um dos menores ao serem comparados com os dos outros três traços da AG III, o que indica maior qualidade e durabilidade da AG III. Como consequência, a AG III apresentou a maior massa específica – ME = 2,07 kg/dm<sup>3</sup>. Ao mesmo tempo, porém, mostrou-se coesa, não podendo ser considerada autoadensável.

### 5.2.6 Avaliação do desempenho da PST III e da AG III em ensaios a altas temperatura

Em materiais para aplicação estrutural, é importante testar o desempenho diante do calor ou incêndio. A Tabela 45 apresenta o resultado da resistência residual à compressão após os CP terem permanecido 60 minutos na temperatura indicada. A Tabela 47 apresenta a resistência residual em porcentagem, tendo como referência a temperatura de cura de 50 °C. Nota-se que as pastas têm uma perda de sua resistência de forma mais acentuada entre 300 °C e 500 °C. Até 700 °C mantiveram uma resistência residual entre 67 e 74% (Tabela 47), o que indica o bom desempenho até essa temperatura, com destaque para a pasta 1:0,5, que até mesmo a 900 °C manteve uma

resistência residual de 74%. As argamassas apresentaram uma perda de resistência mais linear, em especial a AG traço 1:2:0,7. Esse último resultado pode ser verificado conforme Figura 49.

	-	1	1	1	
PST III	Cura 50 °C	300 °C	500 °C	700 °C	900 °C
AG III	RM (MPa)	RM (MPa)	RM (MPa)	RM (MPa)	RM (MPa)
PST 1:0,5	43,18±3,18	39,61±2,22	33,18±1,38	32,27±2,44	31,84±2,09
AG 1:2:0,5	34,71±2,08	32,41±3,98	26,32±2,74	$18,08\pm2,34$	13,21±1,97
PST 1:0,7	24,68±1,98	25,89±1,17	19,33±1,41	16,60±0,90	13,99±2,07
AG 1:2:0,7	16,22±1,24	$16,33\pm0,77$	$14,07\pm0,37$	11,91±1,13	7,72±1,64

Tabela 45: RM da PST III e da AG III após aquecimento na temperatura indicada

A Figura 49 apresenta a resistência residual percentual à compressão em função da temperatura. É notório que as pastas e argamassas mantêm a tendência de perda de resistência à medida que aumenta a temperatura.

O desempenho das pastas geopoliméricas foi superior quando comparado com o das argamassas correlatas, ou seja, pasta 1:0,5 comparada com argamassa 1:2:0,5 e, a pasta 1:0,7 comparada com argamassa 1:2:0,7. Kong (2010) liderou um estudo comparando a pasta geopolimérica com a de cimento Portland. Os resultados foram: a 400 °C a pasta à base de cimento Portland não apresentou resistência significativa; a pasta geopolimérica, por sua vez, apresentou RM até acima de 800 °C. Isso mostra a superioridade da pasta geopolimérica diante da pasta de cimento Portland. O autor alegou que a deterioração da pasta à base de cimento Portland ocorreu em virtude da deterioração da Portlandita [Ca(OH)<sub>2</sub>], algo que não ocorre nas pastas geopoliméricas devido à pequena quantidade de cálcio (Ca).



Figura 49: Resistência à compressão da PST III e da AG III após exposição a altas temperaturas.

Na pasta 1:0,7 e na argamassa 1:2:0,7, houve um sensível aumento da RM na temperatura de 300 °C, conforme pode ser observado na Figura 49. Esse fenômeno já foi observado em outros

trabalhos, como nos de Rickard (2016) e Sanjayan (2015), citados na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), os quais observaram o mesmo efeito citado em seus estudos. A RM aumenta porque a temperatura entre 200 °C e 500 °C induz à formação do gel de geopolimerização, no caso específico deste trabalho, o N-A-S-H.

Há diversos fatores envolvidos que podem afetar a resistência da argamassa diante de altas temperaturas, como o traço, a porosidade, a temperatura máxima, o tempo exposto, a estrutura volumétrica que está sendo exposta a altas temperaturas e os tipos de materiais utilizados na produção de uma pasta, argamassa ou concreto geopolimérico. A Tabela 46 apresenta os resultados de três autores que utilizaram diversas temperaturas na produção de argamassa geopolimérica, o que permite uma comparação com a AG III.

Tabela	Tabela 40. Estudos de argamassa geoponmerica apos exposição a temperaturas elevadas							
SOARES <i>et al.</i> , 2022 AG MK. 60min.			KHATER <i>et al.</i> , 2022 AG MK+SC. 120min. Amostra NSE0			SAHIN <i>et al.</i> , 2021 AG MK. 60min.		
	DM	DM*	Allio	DM	) DM*	All	DM	5 DM*
	KIVI	KIVI		KIVI	IVIVI		IVIVI	KIVI
	MPa	%		MPa	%		MPa	%
T.Ref.	74,63	100	T.Ref.	32,0	100	T.Ref.	58	100
100 °C	75,28	101	500 °C	32,0	100	200 °C	54	93
300 °C	28,40	38	700 °C	33,0	103	400 °C	30	52
500 °C	13,33	18	800 °C	21,0	66	600 °C	28	48
700 °C	9,55	13	1000 °C	18,0	56	800 °C	14	24
MK = meta	caulim; SC	= sílica; RI	$M^* = \%$ de resi	stência res	idual em re	elação à tempe	eratura de r	eferência.

Tabela 46: Estudos de argamassa geopolimérica após exposição a temperaturas elevadas

Os resultados dos três autores citados mostram uma grande variação da resistência residual para cada temperatura, evidenciando os diversos fatores mencionados anteriormente que podem influenciar no resultado final da argamassa. A Tabela 47 apresenta a resistência residual em porcentagem das pastas e AG III com os traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7.

Conforme a Tabela 47, no caso das argamassas geopoliméricas, a partir de 700 °C houve uma perda considerável da resistência mecânica em comparação com a das pastas. Um dos fatores que contribui para isso é o mesmo que ocorre com a argamassa e o concreto à base de cimento Portland: o quartzo. Presente principalmente na areia e, em parte, no precursor, o quartzo sofre expansão, causando trincas nas estruturas quanto atinge a temperatura próxima de 575 °C (SOARES, J.C. *et al.*, 2022; MEHTA, P.K. *et al.*, 2008; BERTOLINI, L., 2017; RICKARD, W.D.A. *et al.*, 2016). A presença do quartzo explica o porquê de as AG III terem tido uma eficiência inferior à das PST III quando se comparam os pares pasta e argamassa 1:0,5 e 1:2:0,5, e também 1:0,7 e 1:2:0,7. As pastas não utilizam areia em sua formulação e, como já dito, até mesmo a 900 °C a pasta 1:0,5 apresentou uma resistência residual de 74%.

Motriz	Traço	50 °C	300 °C	500 °C	700 °C	900 °C
Matriz		RM %	RM %	RM %	RM %	RM %
DOT III	1:0,5	100	92	77	74	74
P51 III	1:0,7	100	105	78	67	57
AG III	1:2:0,5	100	93	76	52	38
	1:2:0,7	100	101	87	73	48
		RM% = trata	a-se da resistêt	ncia residual		

Tabela 47: Resistência residual em relação à temperatura de referência (50 °C) em porcentagem para as PST III nos traços 1:0,5 e 1:0,7 e para as AG III nos traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7.

É significativo que, em RM altas (Tabela 47), como nos resultados apresentados por Soares (2022) e Sahin (2021), houve uma baixa resistência residual de 13% e 24%, respectivamente, nas últimas temperaturas. A AG com traço 1:2:0,5, com maior resistência de referência (34,71 MPa), também apresentou uma baixa resistência residual de 38%. Por outro lado, a AG traço 1:2:0,7, com resistência de referência menor (16,22 MPa), na temperatura de 900 °C apresentou uma melhor resistência residual de 48%.

Khater (2022) apresentou uma porcentagem residual a 1000 °C de 56%, porém essa grande eficiência pode ser explicada pelo uso de superplastificantes e CP mais robustos. O autor ainda relata que, a altas temperaturas, forma-se a nefelina. Isso foi observado em alguns CP, bem como nas amostras ensaiadas das pastas e argamassas. Além disso, na face superior de algumas pastas com traço 1:0,7, ocorreu um processo inicial de sinterização. Esse efeito ocorre, em parte, devido ao excesso de ativador que aflora na superfície antes mesmo da queima e quando está sendo moldado, conforme apresentado na Figura 44. A Figura 50 apresenta esse detalhe em um dos CP queimado a 700 °C. O efeito, porém, é mais perceptível a 900 °C.

Destaca-se que a formação de nefelina coincidiu com a cor branca quando os CP foram levados direto para a temperatura de 900 °C. No entanto, quando a mesma amostra foi testada para todas as temperaturas, ela assumiu a cor rosada. Essa diferença pode ser vista nas Figuras 52 e 53, que apresentam duas amostras, cada uma com uma tonalidade diferente. Ao se analisar a resistência residual, não houve diferença substancial da RM, por se fazer o ensaio escalonado ou direto na temperatura alvo.

As Figuras 50 e 51 apresentam os CP das pastas nos traços 1:0,5 e 1:0,7. A PST 1:0,5 mantevese mais estável quando comparada com a PST 1:0,7 até a temperatura de 700 °C.



Figura 50: PST III 1:0,5 após aquecimento em 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C (da esquerda para a direita).



Figura 51: PST III 1:0,7 após aquecimento em 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C (da esquerda para a direita).

As Figuras 52 e 53, relacionadas à AG, mostram que a AG 1:2:0,5 é mais estável na sua morfologia e nas suas dimensões a 900 °C quando comparada com a AG 1:2:0,7 a 900 °C. Porém, é significativo como ocorre o início de uma sinterização dos CP nessa temperatura, em ambos os traços.



Figura 52: AG III 1:2:0,5 após queima a 900 °C.



Figura 53: AG III 1:2:0,7 após queima a 900 °C.

A Tabela 48 e a Figura 54 apresentam os resultados após as pastas 1:0,5 e 1:0,7 e as argamassas 1:2:0,5 e 1:2:0,7 passarem pelo ciclo de aquecimento nas temperaturas de 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C, lembrando que a temperatura de cura foi de 50 °C e não houve variação significativa das propriedades das amostras entre a temperatura de cura a 50 °C e 100 °C. É possível verificar que todas as amostras perderam massa entre 100 °C e 900 °C (Figura 54-I). Essa perda de massa alterou a massa específica, conforme apresentado na Figura 54-II. Contudo, essa alteração da ME não se deu apenas por esse fator. Ao analisar a variação linear da altura e a variação volumétrica (Figura 54 III e IV), observou-se que houve um aumento nesses fatores, o que quer dizer que o material sofreu uma considerável dilatação.

Somente o trabalho de Soares (2022), utilizando CP de 50 mm × 100 mm, apresentou perda de resistência mecânica e de massa em função da temperatura de queima, com perda de massa em ~16,5% nas temperaturas de 700 °C e 1000 °C. Ao se comparar os resultados obtidos por Soares (2022) com as argamassas 1:2:0,5 e 1:2:0,7 na temperatura máxima de 900 °C, verifica-se que a perda de massa foi de 5,91% e 4,73%, respectivamente. Esse resultado indica um bom desempenho das argamassas geopoliméricas estudadas.

PST/AG	Propriedade	50 °C	100 °C	300 °C	500 °C	700 °C	900 °C
	Massa (g)	34,70	34,46	33,65	33,53	33,35	33,32
PST III	Volume (ml)	19,00	19,00	19,15	19,00	20,50	21,25
1:0,5	Altura (mm)	42,95	42,95	42,60	42,95	45,00	45,30
	ME (g/mm <sup>3</sup> )	1,82	1,81	1,76	1,76	1,63	1,57
	Massa (g)	33,37	33,12	29,97	29,82	29,19	29,69
PST III	Volume (ml)	18,50	18,50	19,10	19,00	19,25	20,00
1:0,7	Altura (mm)	42,00	42,00	42,40	42,55	43,35	42,15
	ME (g/mm <sup>3</sup> )	1,80	1,79	1,57	1,57	1,52	1,48
	Massa (g)	35,06	34,66	32,97	32,79	32,64	32,61
AG III	Volume (ml)	18,50	18,50	17,60	17,75	18,00	18,25
1:2:0,5	Altura (mm)	39,35	39,35	39,40	39,25	40,30	40,20
	ME (g/mm <sup>3</sup> )	1,90	1,87	1,87	1,85	1,81	1,79
	Massa (g)	38,67	38,08	36,46	36,38	36,28	36,28
AG III	Volume (ml)	19,25	19,25	18,75	19,00	20,50	20,50
1:2:0,7	Altura (mm)	41,95	41,95	42,00	41,85	43,35	43,00
	ME (g/mm <sup>3</sup> )	2,00	1,98	1,94	1,91	1,77	1,77

Tabela 48: Variação da massa, do volume, da altura da amostra e da massa específica das pastas 1:0,5 e 1:0,7 e das argamassas 1:2:0,5 e 1:2:0,7 em função da temperatura



Figura 54: I – Variação da massa; II – Variação da massa específica (ME); III – Variação da altura das amostras; e IV – Variação do volume. Variações das pastas 1:0,5 e 1:0,7 e da argamassa 1:2:0,5 e 1:2:0,7 nas temperaturas de 100 °C, 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C.

# 5.3 CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE (CGL) E CONCRETO GEOPOLIMÉRICO NORMAL (CGN)

A formulação da argamassa denominada AG III com o traço 1:2:0,5 (precursor argila AP calcinada: areia: biativador (NaOH+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>)), concentração de 8 mol, tendo sido o NaOH dissolvido diretamente no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, foi utilizada de base para a produção de concreto geopolimérico leve (CGL), uma vez que, em comparação com todas as outras argamassas estudadas, os resultados com a AG III foram os que apresentaram maior fator de eficiência (FE) e resistência mecânica (RM).

Foi verificada a influência da temperatura de cura na RM do CGL nas temperaturas ambiente, T 50 °C e T 100 °C, sempre na idade de referência de 7 dias. Uma comparação da RM entre o CGL e o CGN foi realizada posteriormente a fim de analisar qual a influência do tipo de agregado sobre a resistência mecânica (RM) de um material geopolimérico, apesar da presença da brita resultar em um CGN com massa específica maior que 2,00 kg/dm<sup>3</sup>.

# 5.3.1 Resistência mecânica do concreto geopolimérico leve (CGL)

A Tabela 49 apresenta a RM e o respectivo traço em função da adição em porcentagem de volume do agregado de argila expandida (AAE). Os dados são relacionados com o teor de argamassa em massa (&), o traço unitário em massa (TUM) e o traço em massa (TM) para 1 m<sup>3</sup> de concreto, com a temperatura de cura de 50 °C. A composição do traço foi de: argila calcinada (AP): areia: agregado leve (AAE): ativador (ATV) (NaOH+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). A massa específica (ME) dos materiais utilizada nos cálculos foi de: AP = 2,61 kg/dm<sup>3</sup>; areia = 2,66 kg/dm<sup>3</sup>; AAE 0,96 kg/dm<sup>3</sup>; e ATV = 1,47 kg/dm<sup>3</sup>. Os resultados de RM podem ser considerados muito bons ao serem comparados com os dados mostrados na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), a qual apresenta uma ampla gama de valores para concretos geopoliméricos leves produzidos por diversos autores.

Tabela 49: Resistência mecânica e formulação do concreto geopolimérico leve (CGL). Traço em função do volume do AAE. Teor de argamassa (&). Traço unitário em massa (TUM) e traço em massa (TM). Cura em 50 °C e idade de 7 dias.

AAE	Argamassa	Teor de	TUM	ТМ	RM
% vol.	% vol.	Argamassa(&)		kg/m <sup>3</sup>	(MPa)
0	100	1	1:2:0,5	678:1356:339*	34,71±2,08
20	80	0,90	1:2:0,35:0,5	542:1084:192:271	30,38±1,94
30	70	0,83	1:2:0,61:0,5	475:950:288:238	27,20±1,71
40	60	0,76	1:2:0,94:0,5	407:814:384:204	16,91±1,95
60	40	0,59	1:2:2,12:0,5	271:542:576:136	$7,29{\pm}0,64$

\* A cada 100 kg de ativador serão consumidos 16,58 kg de NaOH e 83,42 kg de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Razão mássica 1:5,03.

Na Tabela 49, observa-se que, nos cinco traços estudados, o aumento da quantidade de agregado de argila expandida (AAE) em volume leva à diminuição da RM, de maneira que o primeiro traço, sem AAE, apresenta a maior RM. Para a produção de concreto leve estrutural, deve-se utilizar o traço 30% de AAE, mas possivelmente um traço com percentual entre 30% e 40% de AAE alcançaria uma RM de 20 MPa, o que seria uma RM recomendável para um concreto leve estrutural. O traço com 60% AAE apresenta potencial para ser aplicado como concreto isolante, de preenchimento ou drenante.

Como dito, a RM do CGL na temperatura de 50 °C com 30% de AAE (Tabela 49) ultrapassou a resistência à compressão de 20 MPa recomendada para o uso estrutural como classe C20, segundo a NBR 8953 (ABNT, 2015), aplicada ao concreto normal à base de cimento Portland. O CGL com 30% devido à sua RM pôde ser classificado como classe C25.

Considerando-se as três temperaturas escolhidas, os melhores resultados foram com a cura em 50 °C, alcançando a maior RM com 20% de AAE. Interessante notar que tanto na temperatura

ambiente quanto em 100 °C os resultados foram próximos, sendo a menor RM alcançada com 60% de AAE em TA. Esses resultados podem ser verificados na Tabela 50 e na Figura 55.

	Cula									
4 A F	ТА	Т 50 °С	Т 100 °С							
AAL	RM (MPa)	RM (MPa)	RM (MPa)							
20%	16,43±1,23	30,38±1,94	21,52±5,59							
30%	16,40±1,35	27,20±1,71	15,67±5,09							
40%	9,76±0,95	16,91±1,95	$10,64{\pm}2,00$							
60%	$1,32\pm0,31$	7,29±0,64	3,75±1,29							



Tabela 50: Resistência à compressão do CGL em função do %vol. de AAE em diferentes temperaturas de cura

Figura 55: Resistência à compressão do CGL em função do %vol. de AAE e da temperatura de cura.

A Figura 56 apresenta uma regressão linear e o coeficiente de determinação ( $R^2$ ). É possível inferir que um traço com ~36% de AAE alcançará a resistência alvo de 20 MPa.



Figura 56: Curva de regressão linear do CGL. Volume de AAE em função da RM.

A busca da temperatura ideal, em outros ensaios, poderia aumentar um pouco mais a RM dos materiais estudados. O trabalho de Aygörmez (*apud* SAHIN, 2021) utilizou três temperaturas (40 °C, 60 °C e 80 °C), alcançando melhores resultados para argamassas curadas em 60 °C por 72h. Alguns trabalhos indicaram que, em comparação com diversas temperaturas, as temperaturas entre 80-85 °C têm proporcionado as mais altas resistências à compressão (JANUARTI, J.E. *et al.*, 2017; BOCA SANTA, *et al.*, 2021). Diversos autores apontam a temperatura de cura, seguida da fonte de aluminossilicato e da concentração alcalina como os principais fatores que podem influenciar substancialmente a RM de concretos geopoliméricos, sendo eles leves ou não (ASSI, L.N. *et al.*, 2020; SALOMA, H. *et al.*, 2017).

A partir da comparação entre os resultados registrados na Tabela 50 e na Figura 55 com os trabalhos realizados por alguns autores, mostrados na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), é possível destacar:

Rickard (2016) desenvolveu um CGL com 40% de AAE, com RM de 12,94 MPa e 17,6 MPa aos 28 e 56 dias, respectivamente. No presente trabalho, CGL com AAE 40% obteve uma RM de 16,91 MPa, sendo, portanto, compatível com os resultados de comparação.

Hassan (2019) atingiu a RM máxima de 14,4 MPa utilizando 25% de AAE, ao passo que, no presente trabalho, o CGL com 30% de AAE obteve uma RM de 27,20 MPa.

Priyanka (2020) desenvolveu um CGL em que substituiu progressivamente o agregado normal por agregado de argila expandida variando de 20% a 60%. Sua maior RM aos 7 dias foi de 26 MPa com ME = 2,03 kg/dm<sup>3</sup> e com 20% de AAE. Ao se comparar com os resultados do presente trabalho, verifica-se que CGL com 20% de AAE e ME = 1,95 Kg/dm<sup>3</sup> obteve uma RM de 30,38 MPa. Isso mostra o excelente resultado alcançado.

### 5.3.2 Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção de água do CGL

A Tabela 51 mostra os resultados de caracterização tecnológica do CGL. A CMN NM 35/95 para concretos leves de agregados de argila expandida e cimento Portland estabelece uma relação entre RM e ME, devendo o concreto ter RM entre 17 MPa e 28 MPa e ME de 1,68 kg/dm<sup>3</sup> a 1,84 kg/dm<sup>3</sup>. A NBR 12655 e 8953 (ABNT, 2015) estabelecem para o concreto leve (CL) uma ME  $\leq$  2,00 kg/dm<sup>3</sup> e, para o concreto normal (CN), uma ME entre 2,00 e 2,80 kg/dm<sup>3</sup>. Já a norma ACI 213R-14 indica RM mínima de 17 MPa e ME  $\leq$  1,92kg/dm<sup>3</sup> para o concreto leve. Por esse último parâmetro, o traço com 30% se adequou às recomendações dessa norma, sendo facilmente

ajustável o traço a fim de enquadrar a ME nos parâmetros indicados nas outras normas. Na CMN NM 35/95, o traço 40% de AAE também poderia ser ajustado para um concreto leve estrutural, uma vez que a RM se encontra dentro do desvio-padrão. Novamente, os resultados podem ser considerados bons quando se considera a relação RM e ME apresentada por outros autores na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica).

porcentagem em volume de AAE								
A A F	МАр	ME	Iv	AA%				
AAL	kg/dm³	kg/dm³	%	72h				
20%	2,13±0,14	$1,95\pm0,02$	9,88±1,20	5,04±0,69				
30%	$1,91{\pm}0,09$	$1,85\pm0,04$	$11,02\pm0,94$	$6,02{\pm}0,68$				
40%	$1,76{\pm}0,08$	$1,67\pm0,01$	$12,16\pm1,70$	7,17±0,19				
60%	$1,21\pm0,12$	$1,35\pm0,01$	16,29±0,75	12,07±0,96				

Tabela 51: Massa aparente, massa específica, índice de vazios e absorção do CGL em função da porcentagem em volume de AAE

A absorção de água (AA%) no concreto é um parâmetro importante que pode ser associado com a durabilidade do material. Além disso, não há uma norma específica que classifique a AA% ou o Iv% de um concreto, muito menos um apontamento de uma absorção ou índice de vazios ideal. Existem outros parâmetros normatizados que de forma indireta resultam no controle da AA% e Iv%, promovendo um concreto durável e de qualidade. A NBR 12655 (ABNT, 2015) estabelece parâmetros para que o concreto à base de cimento Portland possa ser considerado um material de qualidade, entre eles estão o (i) fator a/c, (ii) a quantidade mínima de cimento por m<sup>3</sup> e, a (iii) classe de agressividade e por último, (iv) o ambiente de agressividade que esse concreto será exposto. Assim, devido essa lacuna em termos de normatização as recomendações de Paulo Helene (1983) para Iv% e AA% em concretos estruturais à base de cimento Portland podem servir como um parâmetro para o CGL. A Tabela 52 apresenta esses parâmetros.

Parâmetros	Duráveis	Normais	Deficientes
Iv%	<10%	10 a 15%	>15%
AA%	<4,2%	4,2 a 6,3%	>6,3%

Tabela 52: Qualidade do concreto Portland para fins estruturais. Fonte: Paulo Helene (1983).

Ao analisar o Iv% e a AA% na Tabela 51 e ao conjugar esses dados com as recomendações na Tabela 52, nota-se que o CGL com 20% e 30% enquadra-se próximo de um concreto durável e dentro dos parâmetros para concreto normal. Já o CGL com 60% de AAE está na situação "Deficientes" para o uso estrutural. Esse concreto já seria descartado pelo critério resistência à compressão, por ter uma RM inferior a 20 MPa. É preciso esclarecer que o CGL com 60% de AAE pode ser destinado a pisos drenantes não armados, preenchimento de vazios ou ser usado

como isolante termoacústico, podendo, assim, ser utilizado em outra aplicação, que foge do objetivo original dessa pesquisa.

No estudo de Abdulkareem (2014), citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), um CGL com AAE curado em temperatura de 70 °C, com traço 1: 2,4: 0,7: 0,6 e utilizando biativador apresentou AA% de 10,7%, ao passo que o CGL com até 40% de AAE apresentou AA% de  $\leq$ 7,17%. Isso mostra a boa eficiência do CGL neste trabalho frente a outros estudos.

Outro estudo realizado por Rehman (2020), também citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), alega que concretos geopoliméricos leves podem ser considerados com uma boa qualidade quando sua absorção de água (AA%) é inferior a 10% e com alta qualidade quando essa absorção é inferior a 5%. Com base nessa referência, o CGL com 20% de AAE pode ser considerado de alta qualidade. Além dessa quantidade e até 40% de AAE o CGL pode ser considerado de boa qualidade. Os resultados alcançados são próximos dos mostrados pelo referido autor. Chindaprasirt (2022), citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), alega que, em caso de o CGL apresentar deficiência de AA%, isso pode ser corrigido com o uso de hidrofugantes, como estereato de cálcio.

# 5.3.3 Aparência do CGL após a moldagem

Ao se trabalhar com concreto leve à base de cimento Portland, é natural se trazer toda a analogia de dosagem do concreto normal. Mas é importante destacar que o AAE equivale a aproximadamente um terço da massa específica do ABG, e que conceitos como teor de argamassa (&) e fator ativador precursor (ATV/p) assumem valores diferentes. Ao se aplicar essa mesma tecnologia nos concretos geopoliméricos leves, há ainda duas variantes que é preciso pontuar. A primeira é que a massa específica do precursor é menor que a do cimento. A segunda é que o ativador possui uma massa específica superior à da água. Portanto, é importante analisar a aparência dos CP para estabelecer as diferenças. Por isso, como já explicado, o traço da argamassa foi utilizado em massa e o agregado em porcentagem volumétrica.

A Figura 57 apresenta o CGL nas quatro concentrações de AAE. É notório o efeito do aumento da porosidade à medida que aumenta a concentração de agregados. Nota-se que foi obtida uma fácil moldagem até 30% de AAE, mas que a moldagem fica um pouco mais difícil em 40% de AAE.



Figura 57: CGL com 20%, 30%, 40% e 60% de AAE - visão geral.

As Figuras 58, 59 e 60 apresentam respectivamente os CP de CGL com 20%, 30% e 40% de AAE com maiores detalhes, permitindo fazer algumas observações. Devido à alta reatividade do cimento geopolimérico, caso passe um tempo superior a 30 minutos após a mistura, haverá uma maior dificuldade na moldagem dos corpos de prova e, após 45 minutos, não há mais condições de moldá-los. O CGL com 20% apresentado nas Figuras 57 e 58 são bateladas diferentes e em tempos diferentes de moldagem. Fica evidente, na Figura 58, alguns vazios, menor homogeneização e a evidência das três camadas de concreto por conta da moldagem ter passado de 30 minutos após a mistura. Na Figura 57, em que há entre as amostras três CP de CGL com 20%, observa-se uma moldagem uniforme, porque a moldagem foi realizada imediatamente após a mistura.



Figura 58: CGL após desmoldagem com 20% de AAE.



Figura 59: CGL após desmoldagem com 30% de AAE.



Figura 60: CGL após desmoldagem com 40% de AAE.

A Figura 61 apresenta as características visuais dos CP de traço com 60% de AAE, os quais apresentaram um alto índice de vazios e baixa densidade aparente (alta leveza) devido ao "excesso" de agregados leves.



Figura 61: CGL após desmoldagem com 60% de AAE.

### 5.3.4 Fator de eficiência do concreto geopolimérico leve

Nota-se pela Tabela 53 e a Figura 62, que os traços com 20% e 30% de AAE apresentam os maiores FE e bem próximos. O menor FE ocorreu ao se utilizar 60% de AAE, o que caracteriza um CGL extremamente leve. Esse traço apresentou um FE muito baixo, de modo que seu uso seria basicamente para aplicações de enchimento, isolamento termoacústico e, possivelmente, seria interessante seu uso como material contra incêndios, embora, nesse último caso, mais testes sejam necessários para a devida caracterização técnica.

Tendo em vista que a NBR 6118 (ABNT, 2014) e a NBR 8953 (ABNT, 2015) estabelecem que o concreto normal possui uma ME entre 2,00 kg/dm<sup>3</sup> e 2,80 kg/dm<sup>3</sup> e resistência à compressão mínima de 20 MPa, conclui-se que, para os concretos à base de cimento Portland, o FE mínimo deve estar entre 7,14 e 10 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Os CGL com 30% e 40% apresentaram, respectivamente, um FE de 14,7 e 10,1 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Logo, entre esses dois volumes de agregados há um volume de agregados que atingirá uma RM = 20 MPa, terá uma massa específica inferior a 1,85 kg/dm<sup>3</sup> e, portanto, um FE superior ao do CN (10 MPa.dm<sup>3</sup>/kg), ou seja, mais vantajoso do que o concreto normal. Na Figura 56, é possível verificar que o volume de AAE é aproximadamente de 36%.

	RM	ME	FE
AAE	MPa	kg/dm³	MPa.dm <sup>3</sup> /kg
20%	30,38±1,94	1,95±0,02	15,6
30%	27,20±1,71	$1,85\pm0,04$	14,7
40%	16,91±1,95	$1,67\pm0,01$	10,1
60%	$7,29{\pm}0,64$	$1,35\pm0,01$	5,40

Tabela 53: Fator de eficiência (FE) do CGL em função do %vol. de AAE.



Figura 62: Fator de eficiência (FE) e RM do CGL em função do %vol. de AAE.

A principal propriedade que justifica a existência do concreto leve é o fato do seu peso ser inferior ao do concreto normal, seja esse concreto à base de cimento Portland, de álcali-ativação

ou geopolimérico. Ao mesmo tempo, esse concreto precisa obedecer à RM estabelecida na norma. Quando esse concreto oferece uma RM maior que 20 MPa e uma densidade inferior a 2,0 kg/dm<sup>3</sup>, torna-se atrativa a substituição do concreto normal por um concreto leve. O quão atrativo isso é pode ser medido pelo fator de eficiência (FE). Conforme a Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), dos 24 resultados apresentados de CGL, apenas 10 trabalhos ultrapassaram 20 MPa e, desses, apenas quatro foram superiores à RM do concreto com 20% de AAE (30,38 MPa). Na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), dos 24 resultados apresentados apresentados, apenas sete trabalhos tiveram um FE superior a 15,6 MPa.dm<sup>3</sup>/kg, como o desenvolvido neste trabalho com o CGL com 20% de AAE. É válido destacar que, nesta seleção, não foram encontrados trabalhos utilizando argila caulinítica, apenas metacaulim ou metacaulim combinado com outro precursor já processado e industrializado. Essa breve comparação mostra os excelentes resultados alcançadas com a argila caulinítica AP na produção de um CGL.

#### 5.3.5 Comparação entre concreto geopolimérico leve e concreto geopolimérico normal

Para se comparar o concreto geopolimérico leve (CGL) com o concreto geopolimérico normal (CGN) estabeleceu-se o volume específico de 30% de agregados, em três diferentes formulações: o agregado de argila expandida (AAE) da Cinexpan; o AAE da argila Arroio Grande-RS, queimado em 1300 °C (de menor densidade), e que recebeu a denominação AAE-RS-1300; e o agregado de brita granítica (ABG). Com esses agregados foram preparados os concretos geopoliméricos CGL, CGL-1300 e CGN, respectivamente. A Tabela 54 apresenta o traço unitário em massa (TUM), o traço para 1m<sup>3</sup> (TM), a resistência à compressão (RM), a massa específica (ME) e o fator de eficiência (FE). Lembrando que o traço unitário da AG se manteve constante em 1:2:0,5.

AAE-130	<u>0 (CGL-1300) e c</u>	concreto geopo	olimerico normal (C	GN) com 30%	em volume	de agregado.
Concreto	30%	TUM	TM	RM	ME	FE
	Agregado	kg/m³	kg/m³	MPa	kg/dm <sup>3</sup>	MPa.dm <sup>3</sup> /kg
CGL	AAE	1:2:0,61:0,5	475:950:288:238	27,20±1,71	1,85	14,7
CGL-1300	AAE-RS-1300	1:2:0,35:0,5	475:950:168:238	11,45±1,35	1,73	6,61
CGN	ABG	1:2:1,71:0,5	475:950:813:238	29,05±3,98	2,34	12,41

Tabela 54: Caracterização técnica. Concreto geopolimérico leve (CGL), concreto geopolimérico leve com AAE-1300 (CGL-1300) e concreto geopolimérico normal (CGN) com 30% em volume de agregado.

A RM do CGL e do CGN foram, respectivamente, 27,2±1,71 e 29,2±3,98 MPa, ou seja, basicamente de mesma grandeza considerando o desvio-padrão (Tabela 54). Pode-se ainda destacar, na Tabela 54, o FE superior do CGL em relação ao CGN, devido à menor densidade do CGL. Essa proximidade entre as RMs do CGL e do CGN não era esperada. É fato que os agregados

de rocha granítica apresentam uma RM muito superior à dos agregados de argila expandida. O AAE, via de regra, tem uma RM inferior a 2 MPa, o que leva os concretos leves a terem menores resistências do que os concretos normais à base de cimento Portland (ROSSIGNOLO, J.A., 2009; MEHTA, P.K. *et al.*, 2008). Em geral, considera-se a RM dos agregados como fator limitante da RM dos concretos leves, sendo comum as fraturas transpassarem os AAE (ROSSIGNOLO, J.A., 2009). Assim, esperava-se o mesmo comportamento em concretos geopoliméricos.

Se a RM dos agregados não foi determinante, outros fatores (no lugar da RM intrínseca dos agregados) devem explicar o porquê de as RMs do CGL e do CGN serem tão próximas. Na Tabela 55, observa-se que as propriedades dos concretos, em termos de AA% e Iv%, são igualmente próximas, de modo que possíveis diferenças de porosidade podem ser descartadas.

Tabela 55: Índice de vazios e absorção de água. Concreto geopolimérico leve (CGL), concreto geopolimérico leve com AAE-1300 (CGL-1300) e concreto geopolimérico normal (CGN) com 30% em volume de agregado.

Propriedade	CGL	CGL-1300	CGN
Iv %	$11,02\pm0,94$	13,05±0,67	11,46±0,38
AA%	$6,02{\pm}0,68$	6,77±0,43	6,03±28

Sabe-se que a aderência entre os agregados graúdos e a pasta (ou argamassa), especificamente na zona de transição ou de ligação entre eles, é um dos principais fatores que determinam a RM de concretos comuns (NEVILLE, 2013). O fenômeno de perda RM na zona de transição (ZT) também poderia ocorrer no concreto geopolimérico em razão da influência da água presente no ativador no processo de cura, bem como em razão do comportamento da argamassa ou pasta em relação à absorção de água dos diferentes tipos de agregados graúdos.

A AA% do AAE e do ABG, para 5 horas de imersão, foram 9,67% e 1,08%, respectivamente. Por conseguinte, há, nesse parâmetro, uma diferença significativa no comportamento de cura de um concreto geopolimérico. A AA% promove a aderência entre os agregados e a pasta na zona de transição. Nesse sentido, o AAE, diferentemente do ABG, pode promover uma maior sucção da água, o que pode mudar as propriedades da zona de aderência, como consequência das reações químicas de geopolimerização, e até mesmo o modo de aderência entre agregados e pasta. Esse fenômeno físico foi observado, com as devidas peculiaridades, em concretos e argamassas de cimento Portland (PETRUCCI, E.G.R., 1998; CARVALHO, E.F.T., 2012; MEHTA, P.K. *et al.*, 2008).

Nas três fases de formação dos geopolímeros (coagulação, condensação e cristalização), tão logo inicia o processo de geopolimerização, a água que se encontra inserida no ativador precisa

deixar ou ser retirada do sistema, pois seu excesso (assim como sua falta) afetará negativamente a RM (FERREIRA, W.M. *et al.*, 2022). A retirada da água ocorre pela cura térmica, e também pode ocorrer pela absorção do AAE, devido à capacidade de absorção do AAE, e isso pode acontecer mesmo depois do período de 5 horas, diferentemente do que ocorre com o ABG. Esse é mais um fator que contribui para o aumento da RM do CGL diante do CGN (KARUPPAIYAN, J. *et al.*, 2023).

Quanto à RM do CGL-1300 (com AAE-RS-1300), verificou-se uma RM de 11,45 MPa. Dessa forma, esse concreto não pode ser utilizado como um CGL estrutural. Essa menor RM, de certo modo, era esperada devido à baixa resistência ao esmagamento do AAE-RS-1300 – RMES = 0,13 MPa. Essa RMES do agregado é muito inferior à do AAE (da empresa Cinexpan) e à do ABG, que apresentaram RMES = 1,26 MPa e RMES = 46 MPa, respectivamente. Porém, é preciso destacar que o AAE-RS-1300 apresenta uma AA% para 5 horas de imersão de 3,9%. Assim, espera-se um comportamento de cura diferente em relação ao AAE. A Tabela 56 destaca algumas propriedades do AAE-RS-1300 e de um concreto leve com AAE-RS-1300, ou seja, o CL-1300 formulado com cimento Portland. Resultados mais completos sobre o uso do AAE-RS-1300 em concreto leve de cimento Portland, incluindo a comparação com um AAE-1250 °C (argila de Arroio Grande – RS, queimada em 1250 °C), podem ser encontrados em RODRIGUES (2023a;b).

Propriedades	AAE-RS-1300	AAE-1250	CL-1300	CL-1250
		(Cinexpan)		(Cinexpan)
AA 5 h (%)	3,9	11,0	-	-
AA 72 h (%)	4,2	18,8	5,88	3,6
RMES (MPa)	0,13	1,21	-	-
Densidade (kg/dm <sup>3</sup> )	0,56	0,96	1,22	1,48
RM (MPa)	-	-	3,94±0,53	20,92±1,21
Agregado (% massa)	-	-	28,00%	28,00%
Agregado (%vol)	-	-	59,30%	45,80%

Tabela 56: Propriedades do agregado AAE-RS-1300, dos concretos leves com cimento Portland com AAE-RS-1300 (CL-1300) e com agregado leve da Cinexpan (CL-1250). Traço em massa do CL-1250 (Cinexpan) 1:2,4:1,6:0,8 e do CL-1300 1:2,4:1,6:0,72 (cimento:areia:AAE: água/cimento).

Na Tabela 56, é fácil de identificar que as diferenças de propriedades entre os agregados AAE-RS-1300 e AAE (AA%, RMES e densidade) determinam alterações das propriedades dos concretos de cimento Portland. Nos resultados do concreto CL-1300, que podem ser vistos na Figura 63, há um agregado que foi "facilmente" retirado da matriz ou que pode ser fraturado durante o ensaio de compressão. Eventualmente, o caminho da trinca pode desviar-se, o que, em princípio, leva ao aumento da tenacidade à fratura em um material compósito (DAVIDGE, 1979). Em um concreto convencional, é comumente observado que a maior parte dos agregados de brita estão intactos após o teste de compressão, embora alguns agregados possam ser separados da matriz do concreto (RIBEIRO, S. *et al.*, 2011). Assim, em uma matriz cimentícia, a RM do agregado determina a RM do concreto, porque a presença de água (fora excessos) é benéfica ao processo de cura. Logo, é esperado que o CL-1300 tenha uma RM inferior à do CL com o agregado Cinexpan, como de fato ocorreu.

A Figura 64 apresenta o CL-1250, e pode-se notar uma excelente aderência entre a matriz e o agregado. Na região em destaque, verifica-se que apenas um agregado sofreu desplacamento nessa área analisada do corpo de prova. A duas amostras apresentam a trinca de fratura percorrendo a matriz e rompendo os AAE-1250.



Figura 63: Micrografia óptica da superfície de fratura do concreto leve com cimento Portland e AAE-RS-1300 (CL-1300) mostrando a interação entre o AAE-RS-1300 e a argamassa. Em destaque, a fissura através dos agregados.



Figura 64: Micrografia óptica da superfície de fratura do concreto leve com cimento Portland e AAE-1250 (CL-1250) mostrando a interação entre o AAE-1250 e a argamassa. Em destaque, o desplacamento de apenas um agregado diante de uma grande área e a fissura através dos agregados.

É interessante notar que tanto o CGL (com AAE) quanto o CGL-1300 (com AAE-RS-1300) de matriz geopolimérica (Tabela 54) resultaram em maiores RMs do que os concretos desenvolvidos com os mesmos agregados, mas de matriz cimentícia (Tabela 56). Isso se deve à boa aderência entre geopolímero e agregado, mas também à maior resistência da argamassa geopolimérica (~35 MPa, Tabela 45), comparada com a argamassa cimentícia (RM = 23 MPa).

Pode-se concluir que o teor de água e, principalmente, a saída da água durante a cura, como explicaram Karuppaiyan *et al.* (2023), citados anteriormente, é um dos fatores mais importantes para a RM de um concreto leve geopolimérico, podendo fazer com que a RMES do agregado seja um fator de menor importância. Isso, de certa forma, reforça a conclusão a que se chegou ao estudar as três pastas e, posteriormente, as argamassas com biativador (item 5.1.3.2): a PST III, que utiliza a menor quantidade de água em relação às outras duas, alcançou a maior RM.

Segundo os parâmetros de Paulo Helene (Tabela 52), que apresentou critérios de classificação de durabilidade para um concreto normal, é possível verificar que o Iv% = ~11% leva a um CGL durável, e que com AA% = ~6% tem-se um CGL normal. O mesmo ocorre com o CGN. Portanto, o uso do AAE ou ABG não altera a durabilidade do concreto. Apesar de se utilizar agregados com ME, Iv% e AA% tão diferentes, os resultados com o concreto com 30% de agregado em volume foram similares, como pode se observar analisando-se o Iv% e a AA% desses materiais. Isso

demonstra que a argamassa geopolimérica (AG) está bem distribuída no CGL, ou seja, sua quantidade é suficiente para envolver todos os agregados.

## 5.3.6 Análise microestrutural da argamassa e do concreto geopolimérico

## I) Análise microestrutural por microscopia óptica

A Figura 65apresenta duas amostras de cada composição de concreto geopolimérico leve (CGL), de concreto geopolimérico normal (CGN) e de argamassa geopolimérica (AG III; com traço 1:2:0,5) utilizadas para produzir os concretos. A Figura 65 mostra uma boa distribuição dos agregados que estão bem envolvidos pela argamassa, sem apresentar grandes defeitos ou trincas. No entanto, foi observado, no CGN, algumas fissuras e trincas, especificamente, entre a argamassa e o ABG na zona de transição (ZT), denominadas macrovazios. Essas trincas, além de verdadeiros vazios entre o agregado e a argamassa na ZT, produzem pontos frágeis e defeitos críticos, podendo levar à perda da RM (MEHTA, P.K. *et al.*, 2008; BAUER, F.L.A., 2019). Ao analisar a interação entre CGL em sua ZT, notou-se uma boa homogeneidade da ZT e diversos pontos em que a argamassa geopolimérica penetrou fortemente no agregado. Cabe salientar que o formato mais esférico do AAE (índice de forma) ajuda a diminuir a formação de macrovazios com a argamassa, diferentemente do que ocorre no CGN.



Figura 65: Concreto geopolimérico leve (CGL), concreto geopolimérico normal (CGN), ambos com 30 % vol. de AAE e ABG, e argamassa geopolimérica (AG III). As setas, no CGL, indicam a penetração da argamassa nos poros do AAE e, no CGN, falhas na ZT entre o ABG e a argamassa.

A Figura 66 apresenta a penetração da argamassa geopolimérica no AAE-RS-1300, como mostra a superfície de corte transversal. Observa-se também a forte aderência entre argamassa e agregado, não se verificando vazios nesta zona de transição, diferentemente do que ocorre no CGN, como dito anteriormente. Portanto, um dos fatores responsáveis pela perda da resistência mecânica são os macrovazios.



Figura 66: CGL com 30% de AAE-RS-1300 e AG III (1:2:0,5). Em destaque, a presença de argamassa no interior do agregado e boa aderência entre agregado e argamassa.

A Figura 67 mostra a superfície de fratura do corpo de prova após o ensaio de RM à compressão. Pode-se observar que o caminho da trinca transpassa o agregado de modo relativamente fácil, estando praticamente todos os agregados fraturados.



Figura 67: CGL com 30% de AAE-RS-1300 e AG III (1:2:0,5). Superfície de fratura. Em destaque, a trinca através do agregado.

II) Análise microestrutural da argamassa e dos concretos geopoliméricos por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

## a) Argamassa (AG III)

A Figura 68 apresenta a microestrutura da argamassa (AG III). É possível verificar, nas imagens com aumento de 50 a 500 vezes, uma excelente interação entre a pasta e a areia, sem a presença de fissuras. No estudo de argamassas geopoliméricas, também utilizando metacaulim como precursor, alguns autores mostraram uma boa mistura entre areia e pasta na zona de interface entre esses dois materiais, sem presença de defeitos (SABA, M., 2021; PASUPATHY, K. *et al.*, 2020; 2021; SI, R. *et.al.*, 2020), como ocorreu com a AG III.



Figura 68: MEV da argamassa geopolimérica mostrando apropriada mistura e interação entre componentes.

## b) Concreto geopolimérico leve (CGL)

Ao analisar o CGL (com 30% de agregados), nas Figuras 69 a 71, é possível verificar uma adequada solidarização na interface entre agregado (AAE) e argamassa (AG III). Em geral, o tipo de fissura nessa região de interface é bem menor do que as presentes na própria argamassa. A Figura 69 mostra a morfologia típica do agregado leve e da argamassa, podendo-se observar apenas pequenas fissuras.

Na Figura 69, as setas 1 e 2 indicam a interface agregado-argamassa com uma ótima solidarização entre eles. Entretanto, é difícil, em alguns pontos, determinar exatamente o limite entre esses materiais, como mostra a seta 3. Sem dúvida, essa é uma característica que contribui positivamente para as boas propriedades alcançadas por esse concreto.



Figura 69: MEV do CGL. Setas 1 a 3 mostram a interface argamassa-agregado.

As Figuras 70 e 71 apresentam, conforme mostram as setas, que não há um limite claro entre o AAE e a AG. A adequada solidarização entre o AAE e a AG é alcançada uma vez que se reconhece materiais distintos, mas sem a presença de defeitos entre esses dois materiais. O AAE pode ser reconhecido pela sua alta porosidade, ao passo que a porosidade na AG é menor. Os pontos escuros são poros, o que pode ser verificado tanto na pasta quanto no agregado. Os poros dos agregados, porém, são maiores, arredondados e envoltos pela camada sinterizada do AAE. Já na argamassa, diferentemente, se observam poros menores, em virtude de espaços nos interstícios da pasta e da areia. As setas indicam regiões em que ocorreu a penetração da argamassa no interior do agregado. O efeito da argamassa geopolimérica adentrar (solidarizar) perfeitamente com o AAE também foi observado por Rickard (2016), citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica), e potencializa a RM do CGL com AAE em comparação com a do CGN.



Figura 70: MEV do CGL. Penetração da argamassa no AAE.



Figura 71: MEV do CGL. Presença de argamassa no interior do AAE.

## c) Concreto geopolimérico normal (CGN)

Ao se observar as Figuras 72 e 73, fica evidente a presença de microfissuras na zona de transição entre os agregados de brita granítica (ABG) e a argamassa geopolimérica (AG). Nota-se nitidamente a ausência de poros no ABG. A Figura 72, conforme é indicado pelas setas 1, 2 e 3, apresenta diversas microfissuras – as quais ficam muito nítidas em maior magnitude (Figura 73) – tanto no interior da argamassa quanto entre argamassa e agregado. Isso indica que não há uma solidarização harmoniosa com o agregado de brita granítica e a argamassa, como ocorre quando se utiliza o AAE (Figura 69). Asil (2022), estudando concretos geopoliméricos normais, explica que esse fenômeno ocorre devido ao excesso de água no traço ou porque a água não se dissipou plenamente do sistema. Uma vez que a quantidade de líquido (ativador + água) foi a mesma para os traços utilizando AAE ou ABG, possivelmente a absorção do AAE seja responsável pela minimização de fissuras, pois, em razão de o AAE apresentar maior AA% do que o ABG, ele retira do sistema parte do líquido.



Figura 72: MEV do CGN. Aspecto geral e presença de fissuras.

![](_page_135_Figure_2.jpeg)

Figura 73: MEV do CGN. Setas indicando a presença de microfissuras.

A Figura 73 apresenta microfissuras na interface entre ABG e a AG, mas também na zona de transição, ou seja, próximo ao ABG. Esses defeitos podem contribuir para uma redução da resistência à compressão do CGN. As setas 1, 2, 3 e 4 indicam, aparentemente, um caminho da

microfissura, de maneira que as fissuras irradiam no entorno do agregado. Salienta-se que esse efeito não foi encontrado no CGL.

Portanto, a análise em MEV permite entender mais um fator que levou ou contribuiu para a RM alcançada pelo CGL. Merece destaque a minimização de microfissuras na interface e zona de transição entre agregado-argamassa no CGL. Em relação ao CGN, esse, via de regra, apresenta maior RM do que um concreto leve devido à maior RM dos agregados graníticos, porém fatores como os macrovazios e as microfissuras mostrados no MEV diminuem a aderência da matriz no agregado e, por sua vez, contribuem negativamente para sua RM. Assim, os valores muito próximos de RM do CGN e do CGL (Tabela 54) podem ser compreendidos como uma consequência direta dos aspectos da microestrutura.

# 6. CONCLUSÕES

Baseado nos resultados apresentados, as seguintes conclusões podem ser inferidas:

# Precursor

A argila caulinítica de Pantano Grande-RS (AP), após tratamento térmico a 750 °C para sua transformação em metacaulim, demonstrou ser um excelente precursor para produção de pastas, argamassas e concretos geopoliméricos (normal e leve), como comprovam os resultados dos testes neste trabalho. Os resultados de caracterização tecnológica e de resistência mecânica (RM) são semelhantes aos encontrados por outros pesquisadores, mas ressalva-se que há uma grande variação nesses valores em virtude das diferenças nos traços e dos tipos de percursores e de ativadores.

# Pasta geopolimérica

O estudo das três metodologias de dosagem das pastas geopoliméricas permitiu determinar a melhor metodologia para obter a maior resistência mecânica. O uso do ativador NaOH na concentração de 8 mol, no traço 1:0,5 (precursor: ativador + água), pasta I (PST I), alcançou uma resistência mecânica (RM) de 4,16 ± 0,62 MPa. Ao aplicar a segunda metodologia (PST II), em que o NaOH é dissolvido em água e posteriormente no silicato de sódio [(NaOH+H<sub>2</sub>O)+Na<sub>2</sub>SiO3] com razão mássica 1:2, os melhores resultados atingiram 16,02 MPa para o traço 1:0,5 (precursor: biativador). Na terceira metodologia (PST III), em que o hidróxido de sódio é dissolvido diretamente no silicato de sódio [(NaOH+Na<sub>2</sub>SiO3] com razão mássica 1:5,03, atingiu-se a maior RM de 43,18±3,18 MPa (28 dias, NaOH a 8 mol), sem formação de eflorescência. Essa pasta apresentou um alto fator de eficiência (FE) de 23,60 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. A maior RM da PST III foi considerada para sua utilização na produção de argamassa geopolimérica denominada AG III, a qual, por sua vez, foi utilizada na formulação de concreto leve, já que as propriedades da pasta mostraram forte influência nas propriedades das argamassas (AG III e AG II).

A temperatura de cura foi o fator determinante da RM, como mostraram os testes entre a temperatura ambiente ( $\sim$ 22 °C) e a temperatura de 50 °C – independentemente do tipo de pasta (PST I a III), em diferentes traços e em diferentes idades. Na temperatura de 50 °C, foi obtida a maior resistência à compressão, sendo essa muito maior (em alguns casos até 386%) do que os resultados obtidos na temperatura ambiente.

A concentração molar de NaOH (de 6 a 12 mol), o traço (maior teor de líquido) e o tempo de cura (4, 7 e 28 dias) foram considerados fatores de menor influência em relação à temperatura de

cura, ocorrendo, por vezes, uma considerável dispersão de valores de RM. Em geral, a partir de sete dias não ocorre aumento significativo, embora, em determinados parâmetros experimentais, o maior tempo proporcionou um aumento da RM. A concentração de 8 mol foi considerada a melhor, pois maiores concentrações não levaram a aumentos expressivos de RM. Por outro lado, o aumento do conteúdo de líquido (traço 1:0,5 para 1:0,7) levou à diminuição da RM, mas proporcionou um maior índice de espalhamento.

A principal conclusão a partir do estudo das diversas formulações das pastas foi a necessidade de reduzir a quantidade de água e de utilizar a correta temperatura de cura. Esta última consideração é importante para que as reações de geopolimerização se completem e também para a eliminação do excesso de água na formulação.

Os parâmetros propostos por Davidovits se mostraram de eficácia parcial. Para o monoativador NaOH, as concentrações molares entre 8 e 10 mol foram as que mais se aproximaram desses parâmetros. Por outro lado, ao se aplicar os parâmetros propostos por Davidovits para os biativadores, alguns valores se desviam bastante dos fatores propostos. Assim, como já indicado por outros autores, esses parâmetros não podem ser seguidos de forma direta na otimização de uma formulação de geopolímero.

A pasta III nos traços 1:0,5 e 1:0,7, após passarem por um ciclo de temperatura até 900 °C, permaneceram com uma resistência residual superior à da argamassa. Destaca-se o traço 1:0,5 com uma resistência residual de 31,84 MPa, ou seja, permanecendo com 74% da resistência de referência. Quanto ao traço 1:0,7, sua resistência residual foi de 13,99 MPa, permanecendo com 57% da resistência de referência.

A análise realizada com as três pastas identificou diversos estiramentos assimétricos – bandas ou picos que denotam as cadeias geopoliméricas que se formam. Foi possível verificar que a pasta I apresentou alguns pequenos picos que não são encontrados na PST II, porém as duas pastas apresentam os principais picos apresentados na literatura. A pasta III trouxe um pico muito bem definido a 1333 cm<sup>-1</sup>, que indica a formação da estrutura da espécie Si-O-Si (Q<sup>4</sup>). Foi possível verificar uma relação direta entre o aumento da RM das pastas com as estruturas verificadas na espectroscopia de Raman. Portanto, foi possível correlacionar o efeito da aef/p na pasta III com suas estruturas formadas e a RM.

## Argamassa geopolimérica

A argamassa geopolimérica AG III teve o melhor desempenho no traço 1:2:0,5, alcançando RM de 34,71 MPa, ME de 2,15 kg/dm<sup>3</sup> e FE de 16,14 MPa.dm<sup>3</sup>/kg. Essa argamassa apresentou bom

potencial para uso na produção de concreto geopolimérico leve CGL, já que tem ME próximo do limite exigido pela norma de um concreto leve e uma excelente RM. O traço 1:2:0,5, utilizando o dobro da quantidade de areia na formulação em relação ao traço 1:1:0,5, apresentou a mesma RM, de modo que, neste caso, o teor de areia não influenciou a RM. O traço 1:2:0,5 mostrou maior densidade, mas não apresentou espalhamento no teste do mini-*slump*. Destaca-se que, para os diversos traços e nas temperaturas estudadas, a RM máxima é alcançada em sete dias de cura, não ocorrendo variação significativa até 28 dias.

A temperatura de cura mostrou uma forte influência sobre a RM da argamassa geopolimérica, assim como ocorreu com as pastas. A temperatura de cura de 50 °C proporcionou as maiores RMs. Portanto, há uma temperatura ideal que pode ser relacionada com o tempo de cura e de saída da água e que promove uma melhor eficiência para as argamassas estudadas.

O estudo realizado com AG III em ciclo de 60 minutos nas temperaturas de 300 °C, 500 °C, 700 °C e 900 °C apresentou, respectivamente nos traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7, resistências residuais de 13,21 MPa e 7,72 MPa na temperatura de 900 °C, e permitiu verificar o melhor desempenho das pastas diante das argamassas.

#### Concreto geopolimérico

O concreto geopolimérico leve (CGL), nas dosagens em volume de 20%, 30%, 40% e 60% de agregado de argila expandida (AAE), com a argamassa geopolimérica (AG III) no traço 1:2:0,5, apresentou bons resultados de RM e leveza na cura em 50 °C; o objetivo em produzir um CGL com ME inferior a 2,00 kg/dm<sup>3</sup> foi atingido em todas as dosagens. Além disso, o índice de vazios (Iv%) e a absorção de água (AA%) foram baixos, de modo que servem como indicadores para um bom potencial de durabilidade desse novo material (ainda não há uma norma brasileira de classificação). O CGL utilizando 20% de agregado alcançou 30,38 MPa e ME = 1,95 kg/dm<sup>3</sup>, e a formulação com 30 %vol. de agregado atingiu RM 27,20 MPa e ME = 1,85 kg/dm<sup>3</sup>; ambos podem ser classificados como um concreto geopolimérico leve estrutural. À medida que a quantidade de agregado aumenta, a RM e a densidade diminuem, de modo que o CGL com 60% de AAE tem RM = 7,29 MPa e ME = 1,35 kg/dm<sup>3</sup> e não pode ser considerado como estrutural.

O uso da temperatura de cura em 50 °C é fundamental para alcançar as melhores propriedades do CGL. A cura em temperatura ambiente ou 100 °C proporcionou RM bem menor, chegando a uma redução de mais de 50% em algumas dosagens.

A RM do concreto geopolimérico leve (CGL;  $27,20 \pm 1,71$  MPa) e do concreto geopolimérico normal (CGN;  $29,05 \pm 3,98$  MPa), ambos com 30% em volume de agregados (argila expandida

ou brita granítica), foi praticamente a mesma. Esse resultado é surpreendente ao se comparar a resistência ao esmagamento (RMES) dos agregados (AAE e ABG). A investigação em MEV identificou alguns fatores que justificam o ocorrido. Foram observados uma maior intensidade e um maior número de microfissuras na zona de transição (ZT) entre o agregado e a pasta no CGN, quando comparado com o CGL. A análise óptica identificou a presença de macrovazios na ZT, contribuindo para a diminuição da RM. As diferenças nessas microestruturas são atribuídas ao "excesso" de água de formulação durante a cura. A aderência entre matriz e agregado é promovida graças à absorção de água do AAE. Esse foi considerado o principal fator contribuinte para o aumento da RM do CGL e concorda com os postulados de Ferreira (2022) e de Karuppaiyan (2023). Esses autores mostram a importância da forma como a água é liberada da massa e que o excesso (ou falta) de água afeta negativamente a RM. A influência da quantidade de água sobre a RM também foi observada no estudo das pastas (RM PST I < PST II < PST III). Assim, apesar do AAE ter uma RMES consideravelmente menor que a do agregado de brita, os aspectos microestruturais da argamassa, como citado anteriormente, e a boa solidarização entre o AAE e a matriz proporcionaram concretos com RM praticamente iguais.

O CGL-1300 foi produzido com o agregado queimado em 1300 °C (AAE-RS-1300) para maximizar a leveza do agregado. No entanto, nesta temperatura, ocorre a redução da RM (RMES = 0,13 MPa) e a diminuição da absorção de água (AA% = ~4%) do agregado. O CGL-1300 com 30%vol. de agregado teve uma RM = 11,45 MPa e ME = 1,73 kg/dm<sup>3</sup>; portanto, o objetivo de reduzir a densidade do concreto foi alcançado. Neste caso, as menores AA% e RM do agregado explicam a menor RM alcançada do concreto, em comparação com os demais concretos geopoliméricos, mas não se pôde verificar o efeito da menor AA%, devido à ruptura transversal do agregado no teste de RM.

O AAE-RS-1300 e o AAE da Cinexpan (RMES = 1,21 MPa) foram comparados em uma formulação de concreto comum (cimento Portland; %vol. de agregado 59,3 e 45,8, respectivamente) e apresentaram, respectivamente, RM 3,94 MPa ( $ME = 1,22 \text{ kg/dm}^3$ ) e 20,92 MPa ( $ME = 1,48 \text{ kg/dm}^3$ ). Assim, pode-se concluir que, em um concreto normal leve, de acordo com as condições experimentais utilizadas nesse trabalho, a AA% e a RM do AAE podem ser um fator decisivo para o controle de RM do concreto. Portanto, as propriedades do agregado influenciam as propriedades tanto do concreto comum leve quanto do CGL.

# 7. SUGESTÕES PARA OS PRÓXIMOS TRABALHOS

- I- É preciso estudar uma maior variedade de traços das pastas e da argamassa como, por exemplo, o traço intermediário de argamassa (1:1,5:x). Além disso, é necessário o estudo com a quantidade de ativador, x = 0.6 e 0.8.
- II- Para o uso do concreto foram dissolvidos 8 mol de hidróxido de sódio no silicato. É possível que a concentração de 10 mol promova uma maior eficiência na resistência, necessitando verificar esse efeito com os biativadores e eflorescência.
- III- Estudos do CGL no estado fresco precisam ser realizados, como *slump test*, U-box test, J-box test, entre outros, permitindo observar a reologia do CGL. Ao mesmo tempo, é preciso estudar o uso e efeito de superplastificantes e hidrofugantes.
- IV- Foi verificado o efeito da temperatura da cura do CGL, como a de 50 °C e 100 °C. No entanto, é preciso fazer um estudo com outras temperaturas intermediárias, como 65 °C e 85 °C.
- V- Um grande número de autores, em suas pesquisas, fez uso de aditivos ou de composições híbridas. É necessário verificar o efeito dessas composições na argila caulinítica de Pantano junto de outros precursores, como escória granulada de alto forno, sílica ativa, cinzas volantes ou cinzas de casca de arroz. Isso poderia melhorar a AA% e o Iv% e, ao mesmo tempo, diminuir o impacto econômico, social e ambiental desse cimento geopolimérico.
- VI- Esta pesquisa utilizou o AAE com dimensão de 4,8 a 9,5 mm na proporção 2:1 em massa. Sugere-se produzir um microconcreto geopolimérico leve, também chamado de *grout*, utilizando apenas o diâmetro de 4,8 mm, pois pesquisas indicam que, para o mesmo volume de agregado, quando se utilizam diâmetros menores há uma melhor eficiência na resistência à compressão e na resistência residual.
- VII- Foi realizado estudo do comportamento das pastas e argamassas geopoliméricas (AG III) em altas temperaturas. Há a necessidade de realizar esse ensaio também com os concretos geopoliméricos leves.
- VIII- Não se encontrou estudo de CGL substituindo o agregado miúdo (areia) por AAE miúdo na dimensão de 0,5 mm-2,5 mm.
- IX- A presente pesquisa utilizou principalmente o AAE da empresa Cinexpan. É preciso verificar o comportamento com outros AAE-RS, como os queimados a 1100 °C e 1250 °C.
- X- É necessário realizar estudos e avaliações das propriedades relacionadas ao desempenho térmico, à condutividade térmica do material, à emitância térmica e à transmitância térmica da pasta, argamassa e do concreto geopolimérico leve.

# 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL BAKRI, M.M; ABDULLAH, A; MOHAMMED, H; KAMARUDIN, H. Review on fly ash-based geopolymer concrete without Portland Cement. 2011. J. Eng. Technol. Res. 3, 1 e 4.

ABDULKAREEM, O.A; AL BAKRI, A.M; KAMARUDIN, H. *et al.* Effects of elevated temperatures on the thermal behavior and mechanical performance of fly ash geopolymer paste, mortar and lightweight concrete. Construction and Building Materials 50 (2014) 377-387.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Agregados - Constituintes mineralógicos dos agregados naturais – Terminologica NBR NM 66. Rio de Janeiro, 1998.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Componentes construtivos estruturais – Determinação da resistência ao fogo. NBR 5628. Rio de Janeiro, 2022.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. NBR 5738. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Concreto – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndrico. NBR 5739. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Projetos de estrutura de concreto: procedimento. NBR 6118. Rio de Janeiro, 2014.

\_\_\_\_\_. Blocos vazados de concreto simples para alvenaria – Requisitos. NBR 6136. Rio de Janeiro, 2014.

\_\_\_\_\_. Solo – Determinação do limite de liquidez. NBR 6459. Rio de Janeiro, 2016.

\_\_\_\_\_. Solo – Determinação do limite de plasticidade. NBR 7180. Rio de Janeiro, 2016.

\_\_\_\_\_. Agregados para concreto – Especificação. NBR 7211. Rio de Janeiro, 2019.

. Areia normal para ensaio de cimento – Especificação. NBR 7214. Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_. Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndrico. NBR 7215. Rio de Janeiro, 2019.

\_\_\_\_\_. Agregado graúdo – Determinação do índice de forma do paquímetro – Método de ensaio. NBR 7809. Rio de Janeiro, 2019.

\_\_\_\_\_. Concreto para fins estruturais – Classificação pela massa específica, por grupo de resistência e consistência. NBR 8953. Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_. Argamassa e concreto endurecido – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. NBR 9778. Rio de Janeiro, 2009.

\_\_\_\_\_. Agregados – Determinação da resistência ao esmagamento de agregados graúdos – Método de ensaio. NBR 9938. Rio de Janeiro, 2013.

\_\_\_\_\_. Concreto e cimento Portland – Preparo, controle, recebimento e aceitação-procedimento. NBR 12655. Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_. Exigências de resistência ao fogo de elementos construtivos de edificações - procedimento. NBR 14432. Rio de Janeiro, 2001.

\_\_\_\_\_. Edificações habitacionais – Desempenho Parte 4: Requisitos para os sistemas de vedação verticais internas e externas – SVVIE. NBR 15575. Rio de Janeiro, 2013.

\_\_\_\_\_. Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. NBR 15894. Rio de Janeiro, 2010.

\_\_\_\_\_. Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chapelle modificado. NBR 15895. Rio de Janeiro, 2010.

\_\_\_\_\_. Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. NBR 16605. Rio de Janeiro, 2017.

\_\_\_\_\_. Agregado miúdo – Determinação da densidade e da absorção de água – Método de ensaio. NBR 16916. Rio de Janeiro, 2021.

\_\_\_\_\_. Agregado graúdo – Determinação da densidade e da absorção de água. NBR 16917. Rio de Janeiro, 2021.

\_\_\_\_\_. Agregados – Determinação da massa unitária e índice de vazios. NBR 16972. Rio de Janeiro, 2021.

\_\_\_\_\_. Agregados – Determinação da composição granulométrica – Método de ensaio. NBR 17054. Rio de Janeiro, 2022.

ACI 213R-14 Guide for Structural Lightweight-Aggregate Concrete, in American Concrete Institute. (2014)

AGUIAR, H; SERRA, P; GONZÁLEZ, P; LEÓN.B. Structural study of sol-gel silicate glasses by IR and spectroscopies. Journal of Non-Crystalline Solids 355 (2009) 475-480
AGUILAR, R.A; DÍAZ, O.B; GARCÍA, J.I.E. Lightweight concretes of activated metakaolin-fly as binders, wiyh blast furnace slag aggregates. Construction and Building Materials 24 (2010) 1166-1175.

AHMED, N; MYRIAM, D; NOUREDDINE, H; OUMAYA, Y; EZZEDDINE, S. Replacement of alkali silicate solution with sílica fume in metakaolin-based geopolymers. Int. J. Miner. Mater. 26 (2019) 555-564.

ALBEGMPRLI, H.M; AL-QAZZAZ, Z.K.A; REJEB, S.K; Strength performance of alkali activated structural lightweight geopolymer concrete exposed to acid. Ceramics international. v.5 (2022) 6837-6873.

ALBIDAH, A.S. Effect of partial replacement of geopolymer binder materials on the fresh and mechanical properties: A review. Ceramics International 47 (2021) 14923-14943.

ALHAWAT, M.A; ASHOUR, G; YILDIRIM, A; ALDEMIR, M. Sahmaran. Properties of geopolymers sourced from construction and demolition waste: A review, J. Build. Eng. 50 (2022) 104104.

AMAN, K; SARAVAN, T.J; KUNAL, B; KABEER, K.I.S.A. A review on the utilization of red mud for the production of geoplymer and alkali activated concrete. Construction and Building Materials 302 (2021) 124170.

AMRAN, M; DEBBARMA, S; OZBAKKALOG, T. Fly ash-based eco friendly geopolymer concrete: A critical review of the long-term durability properties. Construction and Building Materials 270 (2021) 121857.

AQUINO W; LANGE D.A; OLEK J. The influence of metakaolin and silica fume on the chemistry of alkali–silica reaction products. Cement and Concrete Composites, Vol.23, p.485-493, 2001.

ARBEL-HADDAD, M; HARNIK, Y; SCHLOSSER, Y. *et al.* Cesium immobilization in metakaolin-based geopolymers elucidated by 133Cs solid state NMR spectroscopy. Journal of Nuclear Materials 562 (2022) 153570.

ARNOULT, M. PERRONNET, M; AUTEF, A; ROSSIGNOL, S. How to control the geopolymer setting time with the the alcaline silicates solution. Journal of Non-Crystalline Solids 495 (2018) 59-66.

ASIL, M.B; RANJBAR, M.M. Hybrid effect of carbon nanotubes and basalt fibers on mechanical, durability, and microstructure properties of lightweight geopolymer concretes. Construction and Building Materials 357 (2022) 129352.

ASSI, L.N; CARTER, K; DEAVER, E; ZIEHL, P. Review of availability of source materials for geopolymer/sustainable concrete. Journal of Cleaner Production 263 (2020) 121147.

ASSI, L.N; DEAVER, E; ZIEHL, P. Using sucrose for improvement of initial and final setting times of silica fume-based activating solution of fly ash geopolymer concrete. Construct. Build. Mater. 191 (2018) 47 e 55.

ASTM C 91 and C91M-18. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard specification for mansory cement. ASTM International. West Conshohocken, PA, USA, 2018.

ASTM C 129-17. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard specification for Nonloadbearing Concrete mansory units. ASTM International. West Conshohocken, PA, USA, 2023.

ASTM C 294-05 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard descriptive nomenclature for constituents of concrete aggregates. (2005)

ASTM C 330-05 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Specification for Lightweight Aggregates for Structural concrete. (2005)

ASTM C 331-05 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Specification for Concrete Mansory Units. (2005) (2007) (2007)

ASTM C 332-07 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Specification for Lightweight Aggregates for Insulating Concrete.

AYATI, B. *et al.* Use of clay in the manufacture of lightweight aggregate. Construction and Building Materials 162 (2018) 124-131.

AYGÖRMEZ, O, Y; CANPOLAT, M; UYSAL, M.M. Al-mashhadani, Compressive and flexural strength behaviors of metakaolin based geopolymer mortars manufactured by different procedures, in: 4th International Conference on Green Design and Manufacture IConGDM 2030 (2018).

AZEVEDO, A. G. de *et al.* Production of fly ash-based geopolymers using activator solutions with different Na<sub>2</sub>O and Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> compositions. Revista Cerâmica v.63 143-151. <u>http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633662078.</u> (2017 a)

AZEVEDO, A. G. S; STRECKER, K. Influência da Composição Química das Soluções Alcalinas Ativadoras na Produção de Geopolímeros a Base de Cinza Volante. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 12, n. 1 (2017 b) 39–46. ISSN 1809-8797.

AZEVEDO, A. R. G; VIEIRA, C. M. F; FERREIRA, W. M. K. *et al.* Potential use of ceramic waste as precursor in the geopolymerization reaction for the production of ceramic roof tiles, J. Build. Eng. 29 (2020 a) 101156.

AZEVEDO, A.R.G; MARVILA, M.T; ROCHA, H.A. *et al.* Use of glass polishing waste in the development of ecological ceramic roof tiles by the geopolymerization process. Int. Journal of Applied Ceramic Technology. <u>https://doi.org/10.1111/ijac.13585. (2020</u> b) 2649-2658.

BAKHAREV, T. Resistance of geopolymer materials to acid attack. Cement and Concrete Research 35 (2005) 658-670.

BARBOSA, V.F.F; MACKENZIE, K.J.D; THAUMATURGO, C. Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymers of alumina and sílica: sodium polysialate polymers. International Journal of Inorganic materials, v.2, p.309-317, 2000.

BAUER, F.L.A. Materiais de construção v.1. Ed. LTC; São Paulo; ISBN 978-8521632344 (2019).

BERNAL, S. A; GUTIÉRREZ, R.M; PROVIS, J.L; ROSE, V. Effect of silicate modulus and metakaolin incorporation on the carbonation of alkali silicate-activated slags, Cem. Concr. Res. 40 (2010) 898–907.

BERNAL, S.A; PROVIS, J.L. Durability of alkali-actovated materials: Progress and perspectives. Journal American Ceramic Society, 97 (2014) 997-1008.

BERTOLINI, L. Materiais de construção: patologia, reabilitação. São Paulo, Editora Oficina de textos, 2017. ISBN 978-85-7975-010-6.

BOCA SANTA, ROZINEIDE A. A. *et al.* Microstructural characteristics of geopolymer materials with twenty eight days of curing and after eight years stored at room temperature. Journal of Cleaner Production 278 (2021) 123437.

BOCA SANTA, R.A.A. 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 f. Dissertação de mestrado em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina-UFSC.

BORGES, M; LIENDO, A. Reatividade pozolânica da cinza da casca do arroz através do ensaio de chapelle modificado. 9.º Salão Internacional de ensino, pesquisa e extensão – SIEPE, Brasil – RS; 2017.

BREMNER, T.W; RIES, J. Stephen j. hayde: The father of lightweight concrete industry. ACI – American Concrete Institute. National Building arts center. (2009) 35-38.

BRITO, W.S. Ativação alcalina para a produção de geopolímeros a partir de resíduos industrial. Dissertação. 100f. Universidade Federal do Pará. UFPA, Belém, 2018.

BS EN 413-1. Mansory cement – Part 1: Composition, specifications, and conformity criteria. Comite Europeen de Normalisation, 2011.

BS EN 13055-1 BRITISH STANDARDS. Lightweight Aggregate. Lightweight Aggregate for concrete, mortar and grout, 2016.

CARVALHO, E.F.T de. O concreto sem mistérios; editora UFOP; Minas Gerais; ISBN 978-85-288-0086-9; 2012.

CASTRO, C.Q.C; FRAGA, Y.S.B; DORTAS, I.S. Concreto leve produzido com argila expandida: Avaliação do desempenho mecânico; Ed. Novas edições acadêmicas; ISBN 978-620-2-17414-5; 2018.

CEB-FIP. Diagnosis and assessment of concrete structures-state of art report. CEB Bull, v. 192, p. 83-85, 1989.

CHINDAPRASIRT, P; JITSANGIAM, P; RATTANASAK, U. Hydrophobicity and efflorescence of lightweiht fly ash geopolymer incorporated with calcium sterate. Journal of Cleaner Production 364 (2022) 132449.

CILLA, M.S; COLOMBO, P; MORELLI, M.R. Geopolymer foams by gelcasting. Ceramics International 40 (2014) 5723-5730.

CINEXPAN; Catálogo técnico – argila expandida 0500-1506-2215-3222. Várzea Paulista SP, 2023. <u>https://www.cinexpan.com.br/argila-expandida-1506-cinexpan.html. Acesso em 29/06/2023</u>.

CLAISSE, Peter A. Civil engineering materials; 1.º ed. Elsevier, 2019. Editora LTC; Rio de Janeiro, 2019.

CLIGNY, Q; BRANDT, D; GHARZOUNI, A; ROSSIGNOL, S. Influence of the nature and concentration of alkali cations in silicate solutions on the behavior of MK-CaCO3 based geopolymers at 600-1150°C. Open Ceramics 15 (2023) 100429

CMN, COMITÊ MERCOSUL DE NORMATIZAÇÃO. Agregados leves para concreto estrutural – Especificação. NM 35/95. (1995)

CORTES, P.P; GARCIA, J.I.E. Gel composition and molecular structure of alkali-activated metakaolin-limestone cements. Cement and Concrete Reserch 137, (2020). 106211.

CRAINCENTRAL.https://www.google.com/search?sca\_esv=599830617&rlz=1C1GCEA\_enBR 909BR909&sxsrf=ACQVn0\_MDygVDn6sWrKSYiezAilTcoCvkA:1705682949937&q=BRISB ANE+AIRPORTE+GRAIN+CENTRAL.COM&tbm=isch&source=lnms&sa=X&ved=2ahUKE wjP9dGS9OmDAxXYkZUCHSkqD8QQ0pQJegQIDRAB&biw=1517&bih=665&dpr=0.9 Acesso em 19/01/2024. (Figura do aeroporto de Brisbane) DAL MOLIN. D.C.C. Adições minerais. In ISAIA, G.C. Concreto: ciência e tecnologia. 1.º ed. São Paulo: IBRACON, 2011 p.261-309.

DANISH, P; MOHAN, G.G. Behaviour of self-compacting concrete using differente mineral powders additios in ternary blends. REV. Rom. Mater. Rom. J. Mater 50 (2020) 232-239.

DAVIDGE, R.W. Mechanical Behaviour of Ceramics, Cambridge University Press, Cambridge, 1979.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer: Chimistry & Aplications 5.º ed. Institut geoplymers; 2020. ISBN-13 978-2954453118.

DAVIDOVITS, J. Mineral polymers and methods of making them. US Patent n.4 1982.

DAVIDOVITS, J. 30 Years of Sucesses and Failures in Geopolymers Aplications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer 2002 Conference, Melbourne, Austrália, 2002.

DUBYEY, L; UKRAINCZYK, N; YADAV, S; *et al.* Carbon nanotubes and nanohorns in geopolymers: A study on chemical, physical and mechanical properties. Materials & Design 240 (2024) 112851

DUXSON, P; PROVIS, J.L; LUKEY G.C; PALOMO, A; VAN DEVENTER, J.S.J. Geopolymer Technology: the current state of the art. Journal Materials Science. 42 (2006) 2917-2933.

DUXSON, P; PROVIS, J.L; LUKEY G.C; VAN DEVENTER, J.S.J. The role inorganic polymer technology in the development of "green concrete" Cement and concrete research 37 (2007) 1590-1597.

FATEMEH, O; ALI, A; ALI, K; REZA, N; NIYAZ, M. M. Effect of preparation parameters on properties of metakaolin-based geopolymer activates by sílica fume-sodium hydroxide alcaline blend. Journal of Building Engineering 60 (2022) 104984.

FERNANDEZ-JIMENEZ, R; MARTIRENA, F; SCRIVENER, K.L. The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite. Cement and Concrete Reserch v.41 113-122, (2011).

FERRAZO, S.T; ARAUJO, M.T. de; CONSOLI, N.C. Which solution is more sustainable: Waste foundry sand stabilized with alkali-activated binder or Portland cement? Journal of Bulding Engineering 84 (2024) 108448.

FERREIRA, W.M; CRUZ, A.S.A; AZEVEDO, A.R.G. *et al.* Perspective of the application of ash from ceramics industry in the development of alkali-activated roof tiles. Ceramics International 48 (2022) 6250-6257.

FRANÇA, S. *et al.* A review on some properties of alkali-activated materials, Innov. Infrastruct. Solut. 7 (2022): 179.

GADIKOTA, G; ZHANG, F; ALLEN, A. In situ angstrom-to-micrometer characterization of the small-angle, and wide-angle X-ray scattering (USAXZ/SAXS/WAXS); Ind. Eng. Chem. Res. 56 p. 11791-1180. <u>https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b02810. 2017.</u>

GARCIA-LODEIRO, I; PALOMO, A; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. An overview of the chemistry of álcali-activated cement-based binders. Handbook of álcali-activated cements, mortars and concretes. 1 ed. (UK) Elsevier, 2014.

GERALDO, R.H; GONÇALVES, J.P; CAMARINI, G. Mechanical properties of an eco-friendly one-part alkali-activated binder\_ Influence of metakaolin and water contente. Ceramics international. v.49 (2023) 11854-11864.

GLASBY, T; DAY, J; GENRICH, R; ALDRED, J; EFC Geopolymer aircraft pavements at Brisbane West Wellcamp Airport. The Saudi International Building and Constructions Technology Conference 2015 I Page 1 of 11.

GOLLAKOTA, A.R.K; VOLLI, V; SHU, C.M. Progressive utilisation prospects of coal fly ash; a review, Sci. Total Environment 672 (2019) 951-989.

GRAIG, R.F. Mecânica dos solos. Editora LTC; Rio de Janeiro. ISBN 978-85-216-1544-6. 2007.

GUNASEKARA, Chamila *et al.* Corrosion resistance in different fly ash based geopolymer concretes. HPC/CIC Tromsø; Norway, (2017).

GUO, S; MA, C; LONG, G; XIE, Y. Cleaner one-part geopolymer prepared by introducing ash sinking sherical beads: Properties and geopolymerization mechanism. Journal of Cleaner Production 219 (2019) 686-697.

GUARZOUNI, AMENI. Contrôle de I' ataque des sources aluminosilicates par la compréhension des solutions alcalines. Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface (Thése) Français, 2016 [NNT: 2016LIMO 0054] tel-01413354

HALA, A. H; ESMAT, M.A.H; GEHAN, T.E; BASSEM, S. N. Mechanical and physical properties of synthetic sustainable geopolymer binders manufactures using rockwood, granulad slag, and sílica fume. Construction and Bulding Materials 367 (2023) 130143.

HALASZ, I; AGARWAL, M; LI, R; MILLER, N. What can vibrational spectroscopy tell about the structure of dissolved sodium silicates? Microporous and Mesoporous Materials 135 (2010) 74-81

HALASZ, I; AGARWAL, M; LI, R; MILLER, N. Vibrational spectra and dissociation of aqueous Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> solutions. Catlysis letters 117 (2007) 34-42. <u>https://doi.org/10.1007/s10562-007-9141-6</u>

HUNT, J.D; KAVNER, A; SCHAUBLE, E.A; *et al.* Polymerization of aqueous sílica in H<sub>2</sub>O-K<sub>2</sub>O solutions at 25-200 °C and 1bar to 20 kbar. Chemical Geology 283 (2011) 161-170

HASHIMOTO, S; MACHINO T; ANDO, K. *et al.*, Hot sulfuric acid-resistance of fly-ash-based geopolymer paste product due to the precipitation of natroalunite crystals. Construction and Building Materials 151 (2017) 714-719.

HASSAN, A; ARIF, M; SHARIQ, M. A review of properties and behaviour of reinforced geopolymer concrete structural elements – A clean technology option for sustainable development. Journal Clean Production 245 (2020) 118762.

HASSAN, A; MOURAD, A. I; RASHID, Y. Thermal and structural performance of geopolymer concrete containing phase change material encapsulated in expanded clay. Energy & Buildings 191 (2019) 72-81.

HATICE, Ö. Ö. *et al.* Fly-ash-based geopolymer composites incorporating cold-bonded lightweight fly ash aggregates Construction and Building Materials 272 (2021) 121963.

HEAH, C.Y; KAMARUDIN, H; AL BAKRI, A.M.M. *et al.* Study on solids-to-liquid and alcaline activator ratios on kaolin-based geopolymers. Construction and Building Materials 35 (2012) 912-922.

HELENE, P.R.L. LA agressividade del médio y la durabilidade del hormigón. AATH n. 10 p. 25-35; ago,1983.

HELENE, P.R.L; TERZIAN, P. Manual de dosagem e controle do concreto. Editora PINI. São Paulo, 2004.

HOLM, T; RIES, J. Reference Manual for the Properties and Applications of Expanded Shale, Clay and Slate Lightweight Aggregate. Expanded Shale Clay and Slate Institute. (2007).

HUAJUN, Z; GUANGWEI L; HAOXIN, L. *et.al.* Insights to the sulfate resistance and microstructures of alkali-activated metakaolin/slag pastes; Applied Clay Science 202 (2021) 105968.

ISMAIL, I; BERNAL, S.A; PROVIS, J.L; HAMDAN, S; VAN DEVENTER, J.L.J. Microstructural changes in alkali activated fly ash and slag geopolymers with sulfate exposure. Materials Structures Construction (2013).

JANUARTI, J.E; SUBAER, J; WUJAYA. Effect of curing temperature and fiber on metakaulinbased geopolymer. Procedia Engineering 171 p. 572-583. (2017). JEAN-FRANÇOIS, A. G. A. S. S. A. N. T., & PIERRE, A. V. E. N. A. S. (2014). Mise en forme des polymères (4e éd.): Approche thermomécanique de la plasturgie. Lavoisier.

JUENGER, Maria C.G; SNELLINGS, Ruben; BERNAL, Susan A. Supplementary cementitious materials: New sources, characterization, and performance insights. Cement and concrete Research 122 (2019) 257-273.

KARUPPAIYAN, J; MULLAIMAR, A; JEVALAKSHMI, R. Adsorption of dyestuff by nano copper oxide coated alkali metakaoline geopolymer in monolith and powder forms: Kinetics, isotherms and microstructural analysis. Environmental Reserch. 218; (2023) 115002.

KARUPPAIYAN, J; JEYALAKSHMI, R. Dielectric response of alkali aluminosilicate hydrate and silico alumino phosphate network presente in metakaolin – graphene oxide geopolymer: A comparative study. Inorganic Chmistry Communicatios 161 (2024) 112036

KAZE, C. R. *et al.* Effect of silicate modulus on the setting, mechanical strength and microstructure of iron-rich aluminosilicate (laterite) based-geopolymer cured at room temperature, Ceram. Int. 44 (2018) 21442–21450.

KHATER, H.M; GHARIEB, M. Synergetic effect of nano-silica fume for enhancing physicomechanical properties and thermal behavior of MK-geopolymer composites. Construction and Building Materials 350 (2022) 128879.

KIRAN KUMAR, N.L.N; ROMANA REDDY, I.V. A study on the effect of NaOH molarity on flyash based self compacting geopolymer concrete. Materials Today Proceedings (2023) in press.

KONG, D.L.Y; SANJAYAN, J.G. Effect of elevates temperatures on geopolymer paste, mortar and concrete. Cement and Concrete Research 40 (2010) 334-339.

KUMAR, P.S; BABU, M.J.R.K; KUMAR, K.S. *et al.* Experimental Study on Lightweight Aggregate Concrete. International Journal of Civil Engineering Research 1 (2010) 65-74.

LE, LI; LIU, W; YOU, Q; CHEN, M. *et al.* Waste ceramic powder as a pozzolanic supplementary filler of cement for developing sustainable building materials. Journal of Cleaner Production 259 (2020) 120853.

LIU, M.Y.J; ALENGARAM U.J; SANTHANAM, M. *et al.* Microstructural investigations of palm oil fuel ash based binders in lightweight aggregates foamed geopolymer concrete. Construction and Building Materials 120 (2016) 112-122.

LLOYD, R.R; PROVIS, J.L; VAN DEVENTER, J.S.J. *et al.* Acid resistance of inorganic polymer binders, corrosion rate. Materials and structures. 45 (2012) 1-14.

LONGHI, M.A. Álcali-ativação de lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Porto Alegre, 2015.

LONGHI, M.A; ZHANG, Z; RODRIGUEZ, E.D; KIRCHHEIM, A.P; WANG, H. Efflorescence of alkali-activated cements (geoplymers) and the impacts on material structures: A critical analysis. Frontiers in Materials, 2019.

LONGHI, M.A. *et al.* Efflorescence of Alkali-activated cements (Geopolymers) and the impacts on material structures: A critical analysis. Frontiers in Materials, v.6 p.89; 2019b.

LOT, A.V; MELCHIADES, F.G; BOSCHI, A.O. Influência das Características de Metacaulins no Desempenho de Geopolímeros. Revista Cerâmica Industrial. http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2015.017. 2015.

LU, L; YANG, Z; LI, K. *et al.* Synergy of inert granite powder and active mineral admixture in manufactured sand mortar: The effect on mechanical properties, chloride permeability and water absorption properties. Construction and Building Materials 408 (2023) 133660.

LYU, S-J; WANG, T-T; CHENG, T-W; UENG, T-H. Main factors affecting mechanical characteristics of geopolymer revealed by experimental design and associated statistical analysis. Construction and Building Materials 43 (2013) 589-597.

MABROUM, S; MOUKANNA. A, *et al.* Mine wastes based geopolymers: A critical review. Cleaner Engineering and Technology, (2020) 100014.

MAHMOUD, H.A; TAWFIK, T.A; EL-RAZIK, M.M.A; FARIED, A.S. Mechanical and acoustiv absorption properties of lightweight fly ash/slag-based geopolymer concrete with various aggreates. Ceramics International 49 (2023) 21142-21154.

MEHTA, A; SIDDIQUE, R. Sulfuric acid resistance of fly ash based geopolymer concrete. Construction and Building Materials 146 (2017) 136-143.

MEHTA, P.K; MONTEIRO, P.J.M. Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais; 1° ed. São Paulo, IBRACON; 2008.

MOUSA, A; MAHGOUB, M; HUSSEIN, M. Lightweight concrete in America: presence and challenges. Sustainable Production and Consumption 15 (2018) 131-144.

MOUTAOUKIL, G; SOBRADOS, I; ALEHYEN, S. Study of themomechanical properties of foamed and unfoamed fly ash-based geopolymer using FT Raman spectroscopy and<sup>29</sup> Si MAS NMR. Materials letters 330 (2023) 133261

MUGAHED, A; SOLOMON, D; TOGAY, O. Fly ash-based eco friendly geopolymer concrete: A critical review of the long-term durability properties. Construction and Building Materials 270 (2021) 121857.

MURALEEDHARAN, M; NADIR, Y. Factors affecting the mechanical properties and microstructure of geopolymers from red mud and granite waste powder: A review. Ceramics International 47 (2021) 13257-13279.

MYSEN, B.O; CODY G.D. Solution mechanisms of H<sub>2</sub>O in depolymerized peralkaline melts. Geochimica et Cosmochimica Acta. V. 69 N.23 (2005) 5557-5566 doi:10.1016/j.gca.2005.07.020

NEMATOLLANI, R.R; SANJAYAN, J; RAMAKRISHMAN, S. Thermal and mechanical properties of sustainable lightweight strain hardening geopolymer composites. Arch.Civ. Mech. Eng. 17 (2017) 55-64.

NEMATOLLANI, R.R; SANJAYAN, J; F.U.A SHAIKH. Strain behavior of engineered geopolymer composites: effects of the activator combination. Journal Australian Ceramics Soc. 51 (2015) 54-60.

NEUPANE, K. Fly ash and GGBFS based powder-activates geopolymer binders: A viable sustainable alternativa of Portland cement on concrete industry. Mechanics of materials v.103 (2016) 110-122.

NEVILLE, A.M; BROOKS, J.J. Tecnologia do concreto. 2.º ed. Bookman, Porto Alegre, ISBN 978-85-8260-071-9; 2013.

NEVILLE, A.M. Propriedade do Concreto. 5.º ed. Bookman, Porto Alegre, ISBN 978-85-8260-366-6; 2016.

OLIVEIRA, V.M; SOUZA, F; CRUZ, R.T; PY, L.G; KIRCHHEIM, A.P; BRAGANÇA, S.R. Valorization of non-benefiated clays as supplementary cementitious materials in the production of cement-based mortar. Journal of Building Engineering 42 (2021) 102474.

PANIZZA, M; NATALI, M; GARBIN, E. *et al.* Assessment of geopolymers with construction and demolition waste (CDW) aggregates as a building material. Construction and Building Materials 181 (2018)119-133.

PASUPATHY, K; RAMAKRISHNAN, S; SANJAYAN, J. Enhancing the mechanical and properties of aerated geopolymer concrete using porous lightweight aggregates. Construction and Building Materials 264 (2020) 120713.

PASUPATHY, K; RAMAKRISHNAN, S; SANJAYAN, J. Influence of recycled concrete aggregate on the foam stability of aerated geopolymer concrete. Construction an Building Materials 271 (2021) 121850.

PAYAKANITI, P; YENSANO, N.C.R; PINOTSOONTORN, S. *et al.* Changes in compressive strength, microstructure and magnetic properties of a high-calcium fly ash geopolymer subjected to high temperatures. Construction and Building Materials v.265 (2020) 120650.

PETRUCCI, E.G.R. Materiais de Construção. 11.º ed. Ed. Globo. São Paulo, 1998.

PINTO, A.T. Concreto geopolimérico: Geopol: Universidade de Trás-os-montes; Catálogo técnico Geopol. 2006.

POSI, P; THONGJAPO, P; THAMULTREE, N. *et al.* Pressed lightweight fly ash-OPC geopolymer concrete containing recycled lightweight concrete aggregate. Construction and Building Materials 127 (2016) 450-456.

PRIYANKA, M; KARTHIKEYAN, M; CHAND, M.S.R. CGL Development of mix proportions of geopolymer lightweight aggregate concrete with LECA. Materials Today Proceedings 27 (2020) 958-962.

PROVIS, J.L; VAN DEVENTER, J.S.J. Geopolymers structure, processing, properties and industrial applications; UK, ISBN 978-1-84569-449-7; 2009.

PROVIS, John L. Geopolymers and other alkali activated materials: why, how, and what? Materials and Structures, v. 47, p. 11–25, 5 nov. 2013.

PROVIS, J. L; BERNAL, S.A. Geopolymers and Related Alkali-Activated Materials. Annual Review of Materials Research, v. 44, n. 1, p. 299–327, jul. 2014.

QUEIROZ, L.C. *et al.* Macro-micro Characterization of Green Stabilized Alkali-Activated Sand. Geotch Geol. Eng. 40:3763–3778. <u>https://doi.org/10.1007/s10706-022-02130-9</u>; 2022.

RASHAD, A.M. Alkali-activated metakaolin: A short guide for civil Engineer- An overview. Construction and Building Materials v.41 (2013) 751-765.

RAVERDY, M.R; BRIVOT, F; PAILLERE, A.M. Appreciation de l'activite pouzzolanique des constituants secondaires. 7.º Int. Cong. Chem. Cem. P.36-41; 1980.

RAZA, M.H; KHAN, M; ZHONG, R.Y. Strength, porosity and life cycle analysis of geopolymer and hybrid cement mortars for sustainable construction. Science of the Total Environment 907 (2024) 167839.

REHMAN, M.U; RSHID, K; ZAFAR, I. *et al.* Formulation and characterization of geopolymer and conventional lightweight green concrete by incorporating synthetic lightweight aggregate. Journal Building Engineering 21 (2020) 101363.

RIBEIRO, D.V. *et al.* Princípios da ciência dos materiais cimentícios, produção, reações, aplicações e avanços tecnológicos. 1.º ed. Appris, Curitiba; Cap. 4; ISBN 978-65-250-0238-5; 2021.

RIBEIRO, S; RIBEIRO D.C; DIAS M.B; GARCIA, G.C.R; SANTOS, E.M.B. Study of the fracture behavior of mortar and concretes with crushed rock or pebble aggregates, Mater. Res. 14 (1) (2011) 46–52.

RICKARD, W.D.A; GLUTH, G.J.G; PISTOL, K. In-situ thermo-mechanical testing of fly ash geopolymer concretes made with quartz and expanded clay aggregates. Cement and Concrete Reserch. 80 (2016) 33-43.

RODRIGUES, A.V; BRAGANÇA, S.R. An evaluation of the increased expansion of clay aggregates fired at 1300 °C to maximize lightness for non-structural concrete. Boletim de la sociedade Española de Cerámica y vidro 62 (2023a) 56-65.

RODRIGUES, A.V; BRAGANÇA, S.R. Technological properties of a self-bloating clay and expanded-clay aggregate for the production of lightweight concrete. Cerâmica 69 (2023b) 6-16. https://doi.org/10.1590/0366-69132023693893308.

RODRIGUES, A.V. Aplicação de uma argila expansiva de jazida do Rio Grande do Sul à produção de agregados para concreto leve. Dissertação112f., UFRGS, 2018.

RODRIGUES, T.M.C.G. Argamassas e Betões Geopoliméricos: Estado da Arte e Potencial de Industrialização em Portugal. Dissertação. 128f. Instituto superior de engenharia de Lisboa – ISEL. Lisboa, 2014.

ROSSIGNOLO, J.A. Concreto leve estrutural: Produção, propriedades, microestrutura e aplicações. Ed. Pini. São Paulo, 2009.

ROWLES, M; O' CONNOR, B. Chemical optimisation of the compressive strength of aluminosilicate geopolymers synthesised by sodium silicate activation of metakaolinite. Journal Materials Chemistry. 13 (2003) 1161-1165.

SABA, M; ASSAAD, J.J. Effect of recycled fine aggregates on performance of geopolymer masonry mortars. Construction and Building Materials 279 (2021) 122461.

SAHIN, F; UYSAL, M; CANPOLAR, O. Systematic evaluation of the aggregate types and properties on metakaolin based geopolymer composites. Construction and Building Materials 278 (2021) 122414.

SALOMA, H; ELYSANDI, D.O; MEYKAN, D.G. Effect of Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>/NaOH on mechanical properties and microstructure of geopolymer mortar using fly ash and rice hisk ash as precursor. Alp Conference Proceed. 1903 (2017) <u>https://doi.org/10.1063/1.5011552.</u>

SANJAYAN, J.G; NAZARI, A; CHEN, L. Nguyen, G. H. Phisical and mechanical properties of lightweight aerated geopolymer. Construction and Building Materials 79 (2015) 236-244.

SANTANA, H.A; ANDRADE NETO, J.S; AMORIM JÚNIOR, N.S. *et. al.* Self-compacting geopolymer mixture: Dosing baseado on statistical mixture design and simultaneous optmization. Construction and Bulding Materials 249 (2020) 118677.

SANTOS, I.D.S. dos; BAO, S; HUANG, M. Mechanical and microstructural properties analysis of one-part geopolymer based on burnt coal cinder replaced by metakaolin Journal of Building Engineering 76 (2023) 107265.

SCHMID, T; OPILIK, L; BLUM, C; ZENOBI, R. Nanoscale chemical using tip-chanced Raman spectroscopy: a critical review. Angewandte Chemie International Edition. V. 52 n. 23 p. 5940-5954; (2013)

SHI, C; KRIVENKO, P; ROY, D. Alkali-activated Cement and Concrets. 1. ed. New York: Taylor & Francis, 2006.

SHVARZMAN, A; KOVLER, K; GRADER, G.S; SHTER,G.E. The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic of kaolinite. . Cemente and Concrete Research 33 (2003) 405-416,

SI, R; DAI, Q; GUO, S; WANG, J. Mechanical property, nanopore structure and drying shrinkage of metakaolin-based geopolymer with waste glass powder. Journal of Cleaner Production 242 (2020) 118502.

SILVA, A.C; VIDAL, M; PEREIRA, M.G. Impactos ambientais causados pela mineração e beneficiamento de caulim. Mineração Rem: Rev. Esc. Minas 54. Jun 2001 <u>https://doi.org/10.1590/S0370-44672001000200010</u> (acessado em 04/03/2023).

SILVA, M.G. da. Cimentos Portland com adições minerais, Cap. 23; Materiais de construção civil e princípios de Ciência e Engenharia de Materiais; Editora IBRACON, ISBN 978-85-98576-19-0; 2007.

SK SYFUR, RAHMAN; MAHAMMAD, J. K. Roller compacted geopolymer concrete using recycled concrete aggregate; Construction and Building Materials 283 (2021) 122624.

SINGH, B; ISHWARYA, G. *et al.* Geopolymer concrete: A review of some recente developments, Construction and Building Materials v.85 p.78-90; 2015.

SINGH, N.B; MIDDENDORF, B; Geopolymers as an alternative to Portland cement: An overview, Construction and Building Materials 237 (2020) 117455.

SNIC. Sindicato nacional da indústria de cimento; <u>http://snic.org.br/numeros-do-setor.php</u> Acesso em 25 de junho de 2023.

SOARES, J.C; AZEVEDO, J.S; DIAS, D.P. Effect of temperature on metakaolin-quartz powder geopolymer binder with different combinations of silicates and hydroxides. Case Studies in Construction Materials 16 (2022) e00813.

SOUQUET, J.L; NASCIMENTO, M.L.F; RODRIGUES, A.C.M. Charge carrier concetration and mobility in alkali silicates. Journal Chemical Physics 132 (2010) 034704.

STRUBLE, L; HICKS, J.K. Geopolymer Binder Systems. ISBN 978-0-8031-7554-9; 2018.

SUBAER, A.V.R. Thermo-mechanical and microstructural characterisation of sodium-poly(sialate-siloxo), geopolymers. Journal of Materials Science, 40 (2007). 3117-3123.

SULTAN, M.E; ABO-RL-ENEIN, S.A; SAYED, A. Z. *et al.* Incorporation of cement by-pass flue dust in fly ash and blast furnace slag-based geopolymer. Case Studies in Construction Materials v. 8 (2018) 315-322.

SWAMY, R.N; JIANG, E.D. Pore Structure and Cabonation of Lightweight Concrete after 10 year's exposure. American concrete institute 136 Symposium paper (1993) 377-396.

SWANEPOEL J.C; STRYDOM, C.A. Utilisation of fly ash in a geopolymeric material. Applied Geochemistry. 17 (2002) 1143-1148.

TEIXEIRA, P.A. (2004). "Sistemas Ligantes Obtidos por Activação Alcalina do Metacaulino". Tese. Escola de Engenharia, Universidade do Minho.

TEMUUJIN, J; WILLIAMS, R.P; RIESSEN, A. V. Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature. Journal of Materials Processing Technology, n° 209 p.5276–5280, Austrália, 2009.

THIENEL, K.C; HALLER, T; BEUNTNER, N. Lightweight Concrete – From Basics to innovations. MDPI Materials 13 (2020) <u>https://doi.org/10.3390/ma13051120</u>.

TOP, S; VAPUR, H; ALTINER, M. *et al.* Properties of fly ash-based lightweight geopolymer concrete prepared using pumice and expanded perlite as aggregates. Journal of Molecular Structure 1202 (2020) 127216.

TRINDADE, A.C.C; AVILLEZ, R.R; LETICHEVSKY, S. *et al.* Influence of precursor materials on the fresh state and termo-chemo-mechanical properties of sodium-based geopolymers. Ceramics International 48 (2022) 19806-19817.

VIDAL, L; JOUSSEIN, E; COLAS, M; CORNETTE, J. *et al.* Controlling the reactivity of silicate solutions: A FTIR, Raman and NMR study. Colloids and Surfaces A: Physicochem Eng. 503 (2016) 101-109.

VARGAS, A.S. *et al.* Cinzas volantes álcali-ativadas com solução de NaOH e Ca (OH)<sub>2</sub>; Revista Matéria; v12 n.3 pp. 462-469. ISSN 1517-7076. 2007.

VASSALO, E.A.S; Obtenção de geopolímero a partir de metacaulim ativado. Dissertação de mestrado104f. Universidade Federal de Minas Gerais-UFMG. Belo Horizonte, (2013).

VENTRUZ Minérios. Mineração de caulim. <u>https://www.ventruz.com.br/produtos---caulim.</u> Acesso em 26/04/2023.

WANG, Y; ZHENG, T; ZHENG, X; LIU, Y; DARKWA, J; ZHOU, G. Thermo-mechanical and moisture absorption properties of fly ash-based lightweight geopolymer concrete reinforced by polyprolylene fibers. Construction and Building Materials 251 (2020) 118960.

WANG, Y; XIAMING, L; ZHANG, W; ZEPENG, L; ZHANG, Y; YONG, L; YOUNGYU, R. Effects of Si/Al ratio on the efflorescence and properties of fly ash based geopolymer. J. Clean. Prod., 244 (2020b), Article 118852, 10.1016/j.jclepro.2019.118852.

WENG, T.L; LIN, W.T; CHENG, A. Effect of metakaolin on strength and efflorescence quantity of cement-based composites. The Scientific World Journal, (2013) - hindawi.com https://doi.org/10.1155/2013/606524

WYOM, P.Z; NOR HASANAH, A.S.L; MA, C.K. A Scientometric review of geopolymer concrete. Journal of Cleaner Production 280 (2021) 124353.

WONGSA, A; ZAETANG, Y; SATA, V; CHINDAPRASIRT, P. Properties of lightweight fly ash geopolymer concrete containing bottom ash as aggregates. Construction and Building Materials 111 (2016) 637-643.

WU, H.C; SUN, P. New building materials from fly ash-based lightweight inorganic polymer. Construction and Building Materials 21 (2007) 211-217.

XIE, J; KAYALI, O. Effect of initial water content and curing moisture conditions on the development of fly ash-based geopolymers in heat and ambient temperature. Construction and Building Materials 67 Part A (2014) 20-28.

XINYAN, W; YANGHAI, S; LIANG, H. Performance of geoplymer concrete activated by sodium silicate and sílica fume activator. Case Studies in Construction Materials 17 (2022) e01513.

XU, H; VAN DEVENTER, J.S.J. The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. International Journal of Mineral Processing. 59 (2002) 247-266.

YANG, K.H; SONG, J.K; LEE, J.S. Properties of alkali-activated mortar and concrete using lightweight aggregates. Materials and Structures 43(2010) 403–416.

YANGUANG, W; BOWEN, L; TAO, B. *et al.* Geopolymer, green alkali activated cementitious material: Synthesis, aplications and challenges. Construction and Building Materials 224 (2019) 930-949.

YE, N; YANG, J; LIANG, S. *et al.* Synthesis and strength optimization o fone-part geopolymer based on red mud. Construction and Building Materials 111 (2016) 317-325.

YIP, C.K; LUKEY, G.C; VAN DEVENTER, J.S.J. The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alcaline activation. Cemente and Concrete Research 35 (2005) 1688-1697.

YOU, W; BRADFORD, M.A; LIU, H; ZHAO, W. *et al.* Steel-alkali activated cement based ultrahigh performance concrete lightweight composite bridge decks: Flexural behavior. 266 (2022) 114639.

YOUNIS, K.H. Influence of sodium hydroxide (NaOH) molarity on fresh properties of selfcompacting slag-based geopolymer concrete containing recycled aggregate. Materials today Proceedings v.54 (2022) 1733-1737.

YUAN, J; HE, P; JIA, D. Effect of curing temperature and SiO2/K2O molar ratio on the performance of metakaolin-based geopolymers. Ceramics International 42 (2016) 16184-16190.

ZAKKA, W.P; LIM, N.H.A.S; KHUN, M.C. A Scientometric review of geopolymer concrete. Journal of Cleaner Production 280 (2021) 124353.

ZHANG, H.Y; LIU, J.C; WU, B. Mechanical properties and reaction mechanism of one--part geopolymer mortar. Construction and Building Materials 273 (2021) 121973.

ZHANG, K; XU, H; KONG, X; *et al.* Study on the influence mechanism of micro-mechanical properties of heterogeneous geopolymer gels. Journal of Building Engineering 76 (2023) 107164

ZHANG, W; YAO, X; YANG, T; ZHANG, Z. The degradation mechanisms of alkali-activated fly ash/slag blend cements exposed to sulphuric acid. Construction and Building Materials 186 (2018) 1177-1187

ZHUANG, X.A; CHEN, L; KOMARNENI, S; ZHOU, C. H. Fly ash-based geopolymer: clean production, properties and applications. Journal of Cleaner Production 125 (2016) 253-267.

## 9. ANEXO I

### 9.1 Argamassa com biativador: NaOH dissolvido em água e no Na2SiO3

A PST II, que compreende o NaOH dissolvido em água e posteriormente misturado no Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> na concentração de 8 mol e razão mássica [1:2], utilizou as pastas 1:0,5 e 1:0,7. Após a produção da pasta, foi adicionada a areia nas quantidades em massa "1" e "2" em relação à argila calcinada de Pantano (AP). Assim, com as duas pastas produziram-se quatro argamassas com os seguintes traços, conforme Tabela 57.

Tabela 57: Argamassas produzidas com a pasta II nos traços 1:1:0,5; 1:2:0,5; 1:1:0,7; e 1:2:0,7.

Pasta II	Argamassas		
PST 1:0,5	1:1:0,5	1:2:0,5	
PST 1:0,7	1:1:0,7	1:2:0,7	

#### 9.1.1 Resistência mecânica da AG II

A Tabela 58 e a Figura 74 apresentam a RM das argamassas elaboradas com a PST II. E as Figuras 75 e 76 fazem uma comparação entre a resistência à compressão da pasta e da argamassa geopolimérica curadas a 50 °C.

A resistência à compressão na idade de 7 e 28 dias, para as quatro argamassas, sofreu uma variação inferior a 3%. Sugere-se então, que se considere e utilize a idade de 7 dias como referência e caracterização de aplicação das AG, diferentemente do que se faz com os materiais à base de cimento Portland, em que a idade de 28 dias é utilizada como resistência característica. Segundo Yanguang (2019), uma das grandes vantagens do geopolímero é o ganho de RM em idades precoces. Alguns autores afirmam que não é necessário aguardar 28 dias para se ter a resistência à compressão característica do material, e que idades precoces, como a de 3 dias, podem ser usadas, pois atingem cerca de 87% da resistência à compressão dos materiais geopoliméricos, podendo essa idade ser considerada como resistência característica do material, 2021; LIU, M.Y.J. *et al.*, 2016; SWANEPOEL, J.C. *et al.*, 2002).

A argamassa geopolimérica (AG II), não importando qual dos traços, sofreu uma forte diminuição da RM – não ultrapassando 10 MPa – em comparação com a pasta II, que chegou a 16,02 MPa (Tabela 27). Por outro lado, a adição de areia do traço "1" para o traço "2" não gerou uma redução representativa na resistência à compressão para a argamassa utilizando fator (ATV/p) = 0,5, visto que as RMs foram 8,06 MPa e 8,95 MPa. Já para o fator (ATV/p) = 0,7 as RMs foram, respectivamente, 6,97 MPa e 9,24 MPa (Tabela 58).

Todas as resistências adquiridas nos quatro traços desenvolvidos na AG II ultrapassam 6,5 MPa. Essa RM é recomendada, por exemplo, para se produzir telhas (FERREIRA, W.M. *et al.*, 2022) ou para a produção de blocos, pois a ASTM C129-17 estabelece resistência mínima de 4,14 MPa para unidades de alvenaria (blocos ou tijolos) ou artefatos de concreto. Nesse sentido, a AG II atende a essa exigência e mostra seu potencial também para esse uso. Uma argamassa desenvolvida por Liu (2016) utilizando biativador com razão mássica 1:2,5 e fator ATV/p=0,55 à base de cinza volante atingiu 7,8 MPa na idade de 7 dias. Esse traço se aproxima dos traços 1:1:0,5 e 1:2:0,5 e permite avaliar que a AG II, na idade de 7 dias, teve um excelente desempenho, conforme Tabela 58 e a Figura 74.

curadas a 50 °C.						
AG II	7dd	14dd	28dd			
Traço	MPa	MPa	MPa			
1:1:0,5	8,00±1,47	$7,56\pm0,70$	8,06±0,99			
1:2:0,5	9,12±1,37	8,71±1,03	8,95±0,35			
1:1:0,7	6,86±1,19	7,57±0,71	6,97±2,07			
1:2:0.7	9.36+1.52	9.84+0.91	9.24+0.60			

Tabela 58: Resistência à compressão da argamassa geopolimérica (AG II) nas idades de 7, 14 e 28 dias



Figura 74: Resistência à compressão da AG II elaborada com a PST II.

As Figuras 75 e 76 apresentam a RM das pastas e das argamassas nas idades de 7, 14 e 28 dias curadas a 50 °C. Para essas formulações foi observado que pouco variou a RM nas idades de 7 e 28 dias, podendo ser considerada como referência a idade de 7 dias para esse grupo de argamassa.



Figura 75: Resistência à compressão da PST II com traço 1:0,5 e da AG II nos traços 1:1:0,5 e 1:2:0,5 nas idades de 7, 14 e 28 dias.



Figura 76: Resistência à compressão da PST II com traço 1:0,7 e da AG II nos traços 1:1:0,7 e 1:2:0,7 nas idades de 7, 14 e 28 dias.

# 9.1.2 Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de água da AG II

Na pasta com traço 1:0,5, denominada PST II, com razão mássica de [1:2], o Iv% e a AA% foram, respectivamente, 24,20% e 13,37% (Tabela 30). Ao se comparar esses valores com os da AG II nos traços 1:1:0,5 e 1:2:0,5, constatou-se que os resultados foram menores, conforme mostra a Tabela 59. Além disso, ao se comparar o Iv% e a AA% entre essas duas argamassas verificou-se que, apesar do aumento representativo de areia (de 1 para 2), o Iv% e a AA% sofreram um leve aumento na ordem de apenas 4% e 8% respectivamente. Os resultados indicam que é muito vantajoso o aumento da areia, uma vez que é o material menos oneroso e, ao mesmo tempo, o que causou pouca diferença na RM.

A PST 1:0,7 com razão mássica [1:2] apresentou o Iv% e a AA% em 16,77% e 9,27% (Tabela 30), ao se comparar com as duas argamassas produzidas com essa pasta, nota-se que a AG II obteve resultados no Iv% entre  $17,77\pm0,78\%$  a  $18,09\pm0,11\%$  para os traços 1:1:0,7 e 1:2:0,7 respectivamente. Já a AA% para os traços 1:1:0,7 e 1:2:0,7 obtiveram os seguintes resultados respectivamente  $8,79\pm0,82$  e  $9,05\pm0,08$ , ou seja, se aproximaram da AA% pasta 1:0,7 com 9,27%. Os resultados das argamassas podem ser verificados na Tabela 59. Embora os traços 1:1:0,5 e 1:1:0,7 tenham apresentado taxas menores ou próximas, ao se adicionar o dobro de areia nos traços 1:2:0,5 e 1:2:0,7, houve aumento no Iv% e na AA%, mas, ainda assim, não de forma significativa, mostrando ser também vantajoso, até certo ponto, o aumento da areia.

Estudos realizado por Sahin (2021) com argamassas geopoliméricas à base de metacaulim e biativador NaOH dissolvido em água e posteriormente misturado com Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, com razão mássica [1:2], apresentaram o Iv% e a AA% com os seguintes limites respectivamente: 24,31% a 31,6%; e 7,39% a 9,47%. Ou seja, todos os demais resultados encontrados estão dentro ou são inferiores a esses limites, e isso indica o excelente desempenho do Iv% e da AA% da AG II. Outro estudo utilizando biativador com traço 1:1:0,55 apresentou Iv~25% e AA~18%, novamente atestando os excelentes resultados alcançados (FERREIRA, W.M. *et al.*, 2022).

AG II MAp ME			ME	Iv	AA%
	Traço	kg/dm <sup>3</sup>	kg/dm <sup>3</sup>	%	72h
	1:1:0,5	$1,86\pm0,02$	1,99±0,01	14,76±1,06	6,87±0,54
	1:2:0,5	$2,00\pm0,02$	$2,07\pm0,02$	$15,40\pm0,57$	$7,43\pm0,17$
	1:1:0,7	1,91±0,01	$1,94{\pm}0,02$	17,77±0,78	$8,79{\pm}0,82$
	1:2:0,7	$1,98{\pm}0,03$	2,02±0,01	18,09±0,11	9,05±0,08

Tabela 59: Propriedades físicas da AG II. Massa aparente, específica, índice de vazios e absorção de

#### 9.1.3 Consistência da argamassa: NaOH dissolvido em H2O e no Na2SiO3

A Tabela 60 apresenta o índice de consistência (espalhamento) das argamassas geopoliméricas (AG II) e, ao mesmo tempo, faz uma comparação com as duas pastas que deram origem às quatro argamassas. Ao aumentar a quantidade de areia, aumenta a consistência do material e, por sua vez, diminui o espalhamento da argamassa. A razão ativador e massa de seca (H=ATV/m) permite relacionar o efeito de cada um dos componentes sobre o índice de consistência. Assim, quanto maior "H", maior o espalhamento. A Figura 77 apresenta a relação "H" e o espalhamento, permitindo verificar, por exemplo, que a trabalhabilidade do traço 1:1:0,5 é semelhante à do traço 1:2:0,7. Outro detalhe interessante é que o fato de adicionar areia na pasta até a quantidade de "1"

pouco influenciou na consistência, podendo-se concluir que o grau de trabalhabilidade entre a pasta e a argamassa no traço 1:0,5 e 1:1:0,5 é semelhante.

Tabela 60: Comparação entre o indice de consistencia da AG II e da PST II				
Traço da AG II	1:1:0,5	1:1:0,7	1:2:0,5	1:2:0,7
$H=(ATV/m^*)$	0,25	0,35	0,17	0,23
Espalhamento AG II (cm)	11,98±0,07	14,18±0,40	11,05±0,24	12,16±0,14
Espalhamento PST II (cm)	12,28±0,81	15,62±0,73	12,28±0,81	15,62±0,73
(/	1	1 1 1 5	. 1	•

Tabela 60: Comparação entre o índice de consistência da AG II e da PST II

"m\*" refere-se a soma das massas da argila de Pantano e da areia.



Figura 77: Comparação entre a consistência da PST II e a da AG II.

Em conclusão, ao se comparar a pasta II com as quatro argamassas desenvolvidas, foi verificado que as resistências à compressão foram inferiores a 10 MPa e que o tempo de cura pouco influenciou na resistência final. A trabalhabilidade medida com o mini-*slump* mostrou que as argamassas podem ser consideradas autoadensáveis e que, de maneira geral, o espalhamento da PST II foi levemente menor quando comparado com o da PST I devido ao uso do silicato que proporcionou uma maior viscosidade. Quanto ao Iv% e à AA%, destaca-se que, mesmo que a AG II com traço 1:2:0,7 tenha apresentado uma AA% = 12,52%, esse resultado é inferior aos apresentados nos trabalhos de Ferreira (2022), citado na Tabela 6 (Revisão Bibliográfica). Apesar de nenhuma das argamassas atingir a resistência mínima de 20 MPa para produção do CGL, esse material encontra o seu uso em uma grande gama de artefatos de concreto.