

Universidade de São Paulo - USP
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Damião de Carvalho Pereira

Desenvolvimento de formulações de isolantes cerâmicos a base de geopolímeros de silicato de alumínio com resíduos de madeira para controle da densidade e porosidade após queima.

São Paulo, 2019

Damião de Carvalho Pereira

Desenvolvimento de formulações de isolantes cerâmicos a base de geopolímeros de silicato de alumínio com resíduos de madeira para controle da densidade e porosidade após queima.

Dissertação apresentada a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de mestre em ciências.

Área de concentração:
Engenharia Metalúrgica e de
Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Guilherme Frederico
Bernardo Lenz e Silva

São Paulo, 2019

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, ____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Pereira, Damião

Desenvolvimento de formulações de isolantes cerâmicos a base de geopolímero de silicato de alumínio com resíduos de madeira para controle da densidade e porosidade após a queima. / D. Pereira, G. Frederico Bernardo Lenz e Silva (Orientador) -- versão corr. -- São Paulo, 2019.
96 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Geopolímeros 2. Cerâmica 3. Refratários 4. Material acústico
5. Metacaulim ativado I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II. t. III. Frederico Bernardo Lenz e Silva (Orientador), Guilherme

Dedicatória

Dedico aos meus Pais, Marisa Pereira da Silva e Alcino Carvalho Franco por todo o esforço dedicado a minha pessoa.

À Deus por estar ao meu lado e nunca me deixar fraquejar.

A minha esposa Aparecida Donizete Borges da Cruz e minha família.

Em especial a todos os professores que estiveram sempre ao meu lado, para Prof Dr. Carlos Alberto (*In Memoriam*).

Agradecimento

Agradeço aos meus Pais que me apoiaram, incentivaram e estiveram sempre ao meu lado.

A minha digníssima e estimada esposa Aparecida Donizete Borges da Cruz que me incentivou sempre, que me orientou e me deu forças para continuar, as minhas irmãs e irmão que me deram palavras de apoio.

A Escola Politécnica da Universidade de São Paulo que me proporcionou conhecimento e infraestrutura para a realização do Mestrado.

Em especial ao Professor Dr. Guilherme Frederico Bernardo Lenz e Silva que me orientou no decorrer do mestrado, que me ensinou e colaborou de forma acadêmica e pessoal com ensinamentos que vão além da didática.

Agradeço aos colegas do laboratório LM²C²/PMT-POLI/USP, MSc. Cesar Yuji, Everton Borges, Dra. Gisele Amaral Labat, MSc. Leidy Hernandez, MSc. Vitor Campos, que estiveram presentes em muitos momentos e me auxiliaram em conhecimento e tarefas.

A todo o corpo docente e de funcionários do Departamento de Metalurgia e Materiais da Escola Politécnica.

A empresa Metacaulim do Brasil por ceder material para toda a pesquisa.

A empresa Diatom Mineração LTDA por ceder material para toda a pesquisa

A empresa Almatris do Brasil por ceder material para as formulações utilizadas na pesquisa.

Epígrafe

“Que a tua sabedoria não seja humilhação para o teu próximo. Guarda domínio sobre ti mesmo e nunca te abandones à tua cólera. Se esperas a paz definitiva, sorri ao destino que te fere; não firas a ninguém.” (Malba Tahan, 1983, p346)

Resumo

PEREIRA, Damião Carvalho. Desenvolvimento de isolantes cerâmicos a base de geopolímeros de silicato de alumínio com resíduos de madeira para controle da densidade e porosidade após queima. 2018, 96 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Metalúrgica e de Materiais) – Departamento de Engenharia metalúrgica e de Materiais, São Paulo, 2018.

Geopolímero é um material que possui boas propriedades físicas e químicas como resistência mecânica, resistência a ataque químico, material inerte depois de pronto, é de fácil obtenção, pois a sua base é uma argila, material abundante e de baixo custo. Muitos trabalhos são desenvolvidos com o geopolímero, como aplicações para pisos, cimentos, refratários, adesivos e isolamento acústico e térmico. O desenvolvimento do geopolímero é simples, são necessário um percussor que pode ser metacaulim ou argilas com quantidades aceitáveis de SiO_2 e Al_2O_3 , um ativador alcalino como NaOH, KOH ou silicato de sódio e aditivos se necessário para contribuir com algumas relações molares que devem ser atendidas para a formação do geopolímero. A formação do geopolímero ocorre através de reações de policondensação originando uma estrutura amorfa e até cristalina dependendo do processo. O uso de aditivos e agregados conferem características desejadas como melhor resistência mecânica, melhor capacidade de isolamento térmico ou acústico, melhor resistência química entre outros fatores. A execução foi a partir do metacaulim com o uso de NaOH e aditivos, a serragem e fibras de sisal (algave sisalana) para conferir maiores porosidades no geopolímero desenvolvido. O geopolímero desenvolvido gerou valores de resistência mecânica na ordem de 20 MPa em um tempo de cura de 11 dias, sua densidade variou de 1,0 a 2,5 g/ml, a porosidade volumétrica ficou na faixa de 25,0% a 47,0%, as concentrações utilizadas de NaOH foram entre 0,0 e 15,0 mol/Litro. Todos os dados foram compatíveis com dados verificados em literatura.

Palavra chave: geopolímero, material acústico, material refratário, metacaulim ativado.

Abstract

PEREIRA, Damião Carvalho. Development of ceramic insulators based on aluminum silicate geopolymers with additives and different additions of wood residues to adjust the porosity after burning. 2018, 96 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Metalúrgica e de Materiais) – Departamento de Engenharia metalúrgica e de Materiais, São Paulo, 2018.

Geopolymer is a material that has good physical and chemical properties such as mechanical resistance, chemical etch resistance, inert material after ready, it is easy to obtain because its base is a clay, abundant material and low cost. Many jobs are developed with the geopolymer, such as floor applications, cements, refractories, adhesives and acoustic and thermal insulation. The development of the geopolymer is simple, a precursor is required which may be metakaolin or clays with acceptable amounts of SiO_2 and Al_2O_3 , an alkaline activator such as NaOH, KOH or sodium silicate and additives if necessary to contribute some molar ratios that must be met for the formation of the geoplímero. The formation of the geopolymer occurs through polycondensation reactions leading to an amorphous and even crystalline structure depending on the process. The use of additives and aggregates impart desired characteristics such as better mechanical strength, better thermal or acoustic insulation capacity, better chemical resistance among other factors. The execution was from metacaolim with the use of NaOH and additives, sawdust and sisal fibers (algae sisalana) to impart larger porosities in the developed geopolymer. The developed geopolymer generated values of mechanical strength in the order of 20 MPa in a cure time of 11 days, its density ranged from 1.0 to 2.5 gmL^{-1} , the volumetric porosity was in the range of 25.0% to 47,0%, the concentrations of NaOH used were between 0.0 and 15.0 mol / Liter. All data were compatible with data verified in the literature.

Key word: geopolymer, acoustic material, refractory material, activated metakaolin.

Lista de Figuras

Figura 1 – Mecânismo de formação do geoplímero.	24
Figura 2 – Representação espacial da estrutura de um geopolímero.	25

Figura 3 – Reação de formação do geopolímero inicial.	26
Figura 4 – Reação de formação do geopolímero liberando água.	26
Figura 5 – Monômeros de formação do geopolímero.	27
Figura 6 – TG/DTA do caulim.	30
Figura 7 – Espectros de difração de raios X, caulim (a), após calcinação a 600 °C por 90 min (b), após calcinação a 650 °C por 90 min (c), após calcinação a 700 °C por 60 min (d).	31
Figura 8 – Diagrama de fase ternário massa do sistema Al_2O_3 - Na_2O - SiO_2 com pontos obtidos C1, C2, C3 e C4.	38
Figura 9 – Diagrama de fase ternário massa do sistema Al_2O_3 - Na_2O - SiO_2 com pontos obtidos C1', C1E, C2' e C2E.	39
Figura 10 – Planilha de cálculo estequiométrico.	41
Figura 11 – Granulometria da serragem.	43
Figura 12 – Fluxograma do processo experimental.	46
Figura 13 – Moldes cilíndricos em PVC.	47
Figura 14 – Arranjo para preparo das amostras.	47
Figura 15 – Uso de mesa vibratória para retirada de bolhas.	48
Figura 16 – Processo de cura.	48
Figura 17 – Tratamento térmico das amostras de geopolímero-GSS.	49
Figura 18(a) – Ensaio TG/DTA amostra C1.	50
Figura 18(b) – Ensaio TG/DTA amostra C2.	50
Figura 18(c) – Ensaio TG/DTA amostra C3.	51
Figura 18(d) – Ensaio TG/DTA amostra C4.	51
Figura 19(a) – Ensaio TG/DTA amostra C1'.	52
Figura 19(b) – Ensaio TG/DTA amostra C2'.	52
Figura 20 – Ensaio de resistência mecânica a compressão em TA.	53
Figura 21 – Ensaio do módulo de elasticidade.	54
Figura 22 – Interface do ensaio do módulo de elasticidade.	54
Figura 23 – Corpo de prova C1, C2, C3, C4.	57
Figura 24 – Gráfico da retração volumétrica.	58
Figura 25 – Resistência a compressão de C1, C2, C3, C4 antes e depois do tratamento térmico 9, 10 e 11%.	59
Figura 26 – Gráfico da variação do módulo de elasticidade antes e depois do tratamento térmico.	61
Figura 27 – Espectro de difração de raios X, método do pó C1, C2, C3, C4.	62
Figura 28 – Corpos de prova C1', C1E, C2', C2E.	64
Figura 29 – Resistência a compressão C1', C1E, C2', C2E após cura e tratamento térmico.	66
Figura 30 – Retração volumétrica de C1', C2', C1E, C2E.	67
Figura 31 – Módulo de elasticidade após cura e tratamento térmico de C1'(a) e C2'(b).	69

Figura 32 – Módulo de elasticidade após cura e tratamento térmico de C1E(a) e C2E(b).	70
Figura 33 – Porosidade aparente C1'(a), C2'(b).	72
Figura 34 – Porosidade aparente C1E(a), C2E(b).	73
Figura 35 – Densidade aparente C1' TA, C1' TT, C2' TA, C2' TT(a), C1E TA, C1E TT, C2E TA, C2E TT.	74
Figura 36 – Módulo de elasticidade versus densidade aparente.	75
Figura 37 – Resistência mecânica versus módulo de elasticidade.	76
Figura 38 – Porosidade aparente versus resistência mecânica.	77
Figura 39 – Módulo de elasticidade versus porosidade aparente.	78
Figura 40 – Espectro de difração de raios X, método do pó C1', C2'e C1HT, C2HT.	79
Figura 41 – Espectro de difração de raios X, método do pó C1ETT.	80
Figura 42 – Espectro de difração de raios X, método do pó C2ETT.	80
Figura 43 – Amostra C1' TA.	81
Figura 44 – Amostra C1' 10%TA.	81
Figura 45 – Amostra C1' 20% TA.	81
Figura 46 – Amostra C1' TT.	81
Figura 47 – Amostra C1' 10%TT.	82
Figura 48 – Amostra C1' 20%TT	82
Figura 49 – Amostra C2' TA.	82
Figura 50 – Amostra C2' 10% TA.	82
Figura 51 – Amostra C2' 20% TA.	82
Figura 52 – Amostra C2' 20% TA, destaque.	82
Figura 53 – EDS da amostra C2' 20% TA	83
Figura 54 – Amostra C1 TA com sódio (a), EDS da amostra C1 TA (b)	83
Figura 55 – Diagrama de fase ternário massa do sistema Al ₂ O ₃ -Na ₂ O-SiO ₂ com pontos obtidos de C3' e C3E.	88

Lista de Tabelas

Tabela 2 – Relações molares verificadas.	28
Tabela 3 – Comparação das relações molares.	28
Tabela 4 – Materiais isolantes térmicos e acústicos.	34
Tabela 5 – Percentuais de C1, C2, C3 e C4 em relação ao sistema Al_2O_3 - Na_2O - SiO_2 .	39
Tabela 6 – Percentuais de C1', C1E, C2' e C2E em relação ao sistema Al_2O_3 - Na_2O - SiO_2 .	40
Tabela 7 – Percentuais em massa C1, C2, C3, C4.	42
Tabela 8 – Percentuais em massa C1', C1E, C2', C2E.	42
Tabela 9 – Materiais utilizados.	44
Tabela 10 – Procedências e fornecedores.	44
Tabela 11 – Materiais e especificações.	45
Tabela 12 – Equipamentos utilizados.	45
Tabela 13 – Tipos de ensaios.	49
Tabela 14 – Temperatura de queima C1, C2, C3, C4.	53
Tabela 15 – Relações molares obtidas e comparadas de C1, C2, C3, C4.	56
Tabela 16 – Concentrações molares de NaOH da etapa 1.	56
Tabela 17 – Resistência à compressão e retração volumétrica de C1, C2, C3, C4.	57
Tabela 18 – Módulo de elasticidade e densidade após cura e tratamento térmico, amostras C1, C2, C3 e C4.	60
Tabela 19 – Leituras dos espectros de difração de raios X de C1, C2, C3, C4.	63
Tabela 20 – Relações molares obtidas e comparadas de C1', C1E, C2 e C2E.	63
Tabela 21 – Concentração molar de NaOH da etapa 2.	64
Tabela 22 – Resistência à compressão e retração volumétrica.	65
Tabela 23 – Módulo de elasticidade e densidade após cura e tratamento térmico das amostras C1', C1E, C2' e C2E.	68
Tabela 24 – Porosidade aparente C1', C1E, C2' e C2E.	71
Tabela 25 – Relações molares obtidas e comparadas de C3' e C3E.	87

Lista de Siglas

ABNT

Associação Brasileira de Norma Técnica

ASTM

American Society for Testing and Materials

ATH	Alumina trihidratada
BAT	Bateladas
CPN	Cimento Portland normal
DRX	Difração de raios X
EUA	Estados Unidos da América
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
GSS	Geopolímero com serragem e sisal
M-OS	Polissialato
M-PSDS	Polidisiloxossialato
M-PSS	Polisiloxossialato
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
NBR	Norma brasileira
PVC	Policloreto de polivinila
RCTA	Resistência à compressão a temperatura ambiente.
TA	Temperatura ambiente
TT	Tratamento térmico

Lista de Símbolos

β

Letra grega beta para indicação de fase

c	Constante de velocidade dos elétrons ou fônons
C	Concentração
C'	Concentração inicial
C''	Concentração final
Cal/s.cm.°C	Unidade de condutividade térmica
°C	Graus Celsius
Kg/m ³	Densidade
g/ml	Densidade
M	Massa usada
MM	Massa molar
Mm	Milímetro
Mol/L	Unidade de concentração
MPa	Megapascal
PM	Peso molecular
S	Calor específico
V	Volume
V _i	Volume inicial
V _f	Volume final
W/m.°C	Unidade de condutividade térmica
W/m.K	Unidade de condutividade térmica
Λ	Caminho livre médio
μm	Micrômetro

Lista de compostos químicos

Al	Alumínio
Al ³⁺	Íon alumínio

$[AlO_4]^{-5}$	Íon aluminato
Al_2O_3	Óxido de alumínio
$Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$	Caulim
Ba^{+2}	Íon bário
Ca^{+2}	Íon cálcio
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
$Ca(OH)_2$	Cal hidratada / hidróxido de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Fe_2O_3	Óxido de ferro
H*	Radical livre de hidrogênio
H_3O^+	Hidrônio
HO_2^*	Radical livre de hidroperóxido
H_2O	Água
HCl	Ácido clorídrico
K^+	Íon potássio
K_2O	Óxido de potássio
KOH	Hidróxido de potássio
Li^+	Íon lítio
MgO	Óxido de magnésio
$(Mg,Ca)_{0.7}(Mg,Fe,Al)_{6.0}[(Al, Si)_8O_{20}](OH)_4.8H_2O$	Vermiculita
Na^+	Íon sódio
Na_2CO_3	Barrilha (carbonato de cálcio)
Na_2O	Óxido de sódio
$NaHCO_3$	Bicarbonato de sódio
NaOH	Hidróxido de sódio
NH_4^+	Cátion amônio
NH_4Cl	Cloreto de amônio
O^{2-}	Íon oxigênio
OH*	Radical livre de hidroxila
Si	Silício
Si^{4+}	Íon silício
$[SiO_4]^{-4}$	Tetraedro silício-oxigênio
Si-O-Al-O	Sialato

$\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_7$	Metacaulinita s3lida
SiO_2	3xido de sil3cio
SO_3	Tri3xido de enxofre
TiO_2	3xido de tit4nio

Sum4rio

Cap3tulo 1 – Introdu33o.	18
Cap3tulo 2 – Revis3o Bibliogr4fica.	21

2.1- Geopolímeros.	21
2.2- Relações molares.	27
2.3- O precursor.	29
2.4- Propriedades e características do geopolímero.	31
2.5- Porosidade.	32
2.5.1- Materiais que volatizam.	32
2.5.2- Método de replica.	32
2.5.3- Método de gelcasting de espumas cerâmicas.	32
2.5.4- Método de coagulação e gelificação.	33
2.5.5- Método de incorporação de ar.	33
2.6- Isolamento térmico.	33
2.7- Conclusão da revisão.	36
Capítulo 3 – Materiais e Métodos.	37
3.1- Introdução.	37
3.2- Composições obtidas.	42
3.3- Materiais utilizados e procedência.	43
3.4- Características dos materiais utilizados.	45
3.5- Equipamentos utilizados.	45
3.6- Processo experimental.	46
3.7- Ensaios.	49
Capítulo 4 – Resultados e Discussão.	56
4.1- Relações molares de C1, C2, C3, C4.	56
4.2- Caracterizações de C1, C2, C3, C4.	57
4.3- Caracterizações de C1', C1E, C2', C2E.	63
4.4- Imagens de microscopia eletrônica.	81
Capítulo 5 – Conclusões	86
Planejamento Futuro	87
Referências Bibliográficas	89
Anexos	94

Objetivo

Objetivo Geral

Desenvolvimento de um geopolímero com o uso de resíduos de madeira e sisal (*algave sisalana*) como agentes de controle de porosidade e densidade para aplicações de isolantes cerâmicos.

Capítulo 1 - Introdução

No Brasil o desenvolvimento de pesquisas citando o geopolímero aumenta cada vez mais. Um fator que colabora com o desenvolvimento é, justamente o aumento da construção civil no país, [1]. Estudos mostram que entre os anos de 2004 e 2011 a construção civil no país registrou um crescimento médio anual de 5%. O acumulado no setor está em 63% desde 2007 até 2011. Isto está centrado diretamente na pesquisa de materiais para construção. Os cimentos, por exemplo, têm tido uma expansão de 10,1% em 2008 sobre o ano de 2007. Além disso, se considera que em 2011 o Brasil tem um déficit habitacional que atinge 5,4 milhões de domicílios. Sugere-se que o setor de construção civil continue em expansão. Durante os próximos anos este fato é verdadeiramente favorável para manter o estudo e desenvolvimento dos geopolímeros como opção e alternativa para a produção de novos materiais que possam atender o mercado. Esse fator e outros fazem que os pesquisadores brasileiros trabalhem contribuindo com o desenvolvimento desta tecnologia, [1].

Ultimamente, as construções de moradias, seja elas populares ou de alto padrão, estão utilizando novas tecnologias para diminuir custos com as obras, para aumentar o valor agregado, para disponibilizar conforto aos futuros moradores. Mesmo assim ainda são precárias em alguns quesitos, pois não são todos que podem pagar por uma construção que usa conceitos modernos e tecnológicos. Muitas construções são tradicionais não possuindo um bom conforto térmico e acústico. O conforto necessariamente não se enquadra apenas na estética da construção, no "layout" dos cômodos e nas dimensões. Muitas vezes a acústica do espaço não é boa e não se usa materiais próprios para proporcionar um bem-estar sonoro. As vezes as construções não consideram em seus projetos o bem-estar térmico e acústico. A definição dada a essas duas necessidades de solução são respectivamente conforto acústico e conforto térmico. Existem materiais que atendem essas questões de uma forma adequada, beneficiando ambas as partes e atendendo legislações e questões de segurança.

Muitos materiais são utilizados numa construção, em grande parte materiais de estrutura que necessitam em suas características físicas possuem boa resistência mecânica. São materiais como cimentos, blocos, argamassas, aço, madeira,

cerâmicas entre outros materiais. Atualmente existem materiais além desses citados que proporcionam conforto acústico e térmico, mas são materiais relativamente difíceis de serem usados por questões peculiares.

Materiais que possuem características de isolante térmico, temos mantas que podem ser do tipo de lã de vidro, lã mineral, lã de ovelha, granulados ou flocos fibras de celulose, vermiculita, isolantes úmidos projetados e injetados que são espumas de poliuretano, painéis rígidos compostos por espumas de poliuretano misturados com lã de rocha ou de vidro e menos comum aglomerado de cortiça, [2]. Os materiais cerâmicos que possuem característica de isolante acústico são divididos em convencionais e não convencionais (inovações).

Os materiais convencionais são blocos cerâmicos, blocos de concreto, bloco de silício calcário, madeira e vidros, [3]. Todos esses materiais cumprem com o objetivo de isolar termicamente e acusticamente o ambiente, mas os materiais voltados para isolamento acústico e térmico não convencional (inovações que usam materiais mesclados com outros como compósitos, polímeros para melhorar a performance acústica e térmica) possuem uma característica intrínseca, podem queimar, emanar gases tóxicos e colocar em risco vidas.

Para atender a necessidade de materiais com capacidade de isolamento térmico, acústico, segurança, custo e benefício, o material estudado e desenvolvido é um geopolímero com resíduo de madeira (serragem) e fibras (sisal, (*algave sisalana*)) - GSS. Para seu desenvolvimento foram usados metacaulim, NaOH, aditivos e processado com serragem e sisal (*algave sisalana*) para conferir capacidade térmica e acústica. A escolha deste material é adequada pelas suas características de boas propriedades mecânicas como resistência mecânica, resistência térmica e baixa densidade podendo ser usado em construções civis em formato de lajotas ou placas e até mesmo blocos. A aplicação do geopolímero é diversa, podem ser usados em materiais refratários, aplicações balísticas, cimentos para reparações estruturais, estabilização de solos entre outros.

Existem estudos com geopolímeros para aplicações de isolamento acústico e isolamento térmico demonstrando sucesso por haver propriedades mecânicas em torno de 48 MPa após 28 dias de cura, absorção acústica com coeficiente de absorção de 0,7 – 1,0 na baixa frequência regiões de 40 – 150 Hz e densidades na faixa de 0,72 – 1,6 g/ml, [4]. Uma vez estudado e desenvolvido o geopolímero – GSS poderá suprir necessidades de isolamento em um único material, atendendo as características e

exigências do mercado, assim como ocorre com os seus similares já citados.

A rota de processamento deste novo material é de certa forma simples, na matriz cerâmica formada pelo metacaulim (precursor) será misturado NaOH (ativador) aditivos e determinadas proporções resíduo de madeira (serragem) e sisal (*algave sisalana*). Uma vez pronta, a massa de GSS, sofrerá um processo de cura e queima, obtendo se assim os corpos de prova. A caracterização será feita com ensaios de resistência mecânica em temperatura ambiente (RCTA), módulo de elasticidade, difração de raios X para verificação de fases formadas correspondentes ao geopolímero como nefelina, mulita, sodalita, cristobalita e quartzo.

Capítulo 2 - Revisão Bibliográfica

2.1 – Geopolímeros.

Os geopolímeros podem ser usados com várias finalidades, como armazenagem de resíduos tóxicos, fabricação de concretos especiais, moldes para indústrias de fundição, pisos, tijolos, refratários entre outras aplicações. O termo geopolímero é usado devido o seu mecanismo de reação ser similar a uma polimerização, neste caso a polimerização ocorre em cadeias inorgânicas, [5].

Os cimentos existem há séculos, pois grandes construções como o Coliseu, Domus Aurea já se usava cimentos para unir betões (tipos de concretos sem função estrutural). As construções permanecem sem apresentar desgastes consideráveis. Estudos revelaram que os cimentos antigos possuíam idade de até 9000 anos, como o caso das argamassas encontradas em Jericó, Grécia, Turquia e sobre tudo Egito, demonstram curiosidade devido a idade e sua estabilidade diante dos intensos agentes meteorológicos. [5]

Segundo o livro "The Pyramids: An Enigma Solved" - As Pirâmides: Um Enigma Solucionado, menciona que as pirâmides foram erguidas há 4500 anos com blocos moldados de concreto geopolimérico e não pedra calcária, obtidos através da mistura de pedregulhos de calcário caulínico oriundos de Gizé com NaOH, produzido pela mistura de cal ($\text{Ca}[\text{OH}]_2$), barrilha Na_2CO_3 e água.

Na França e EUA, foi desenvolvido materiais cimentícios por ativação alcalina, obtendo produtos os quais chamou de geopolímeros, cujo comportamento em termos de durabilidade assemelhou-se a notável estabilidade dos materiais cerâmicos.

Os estudos sobre este novo material evidenciaram que os cimentos antigos possuíam mais teor de SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO e MgO do que o concretos normais dos dias atuais, [5]. Observando esses dados Davidovits, levou os conceitos da ativação alcalina a compostos de concreto normais. O concreto foi designado como ligante hidráulico, pois fazem a cura com a água. A combinação com a água dá a formação de silicatos de cálcio hidratado C-S-H e hidróxido de cálcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$, o silicato de cálcio hidratado C-S-H se apresenta como gel pouco cristalino com uma estrutura que vai se densificando ao longo do tempo consoante a variação da reação de hidratação. A formação de um ligante similar pode ser feito com uso de soluções de metais alcalinos com produtos contendo alumino-silicatos sem a presença de cálcio (Cinzas vulcânica, Metacaulim, Argilas Calcinadas), a composição final será $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$. O uso de produtos contendo cálcio, escória de alto forno e cal, teremos a composição $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$. Ambos os processos podem ser submetidos a ativações alcalinas em hidróxido de sódio ou de potássio para que ocorram

alterações na estrutura dos materiais componentes. É importante saber que a geopolimerização pode ocorrer em temperatura ambiente ou levemente elevada constituindo de duas fases, fases em que a lixiviação da matéria prima de aluminossilicatos sólida em solução alcalina faz a transferência de espécies de lixiviados formando uma fase gel de crescimento, seguindo se a nucleação e a condensação da fase de gel para formar um sólido. São formados basicamente por materiais cimentícios ou que contenham fontes de alumínio e silício e líquidos alcalinos. Os mais utilizados são o NaOH e o KOH e muitas vezes em combinação com silicatos de sódio ou potássio.[6]. Pelo fato dos cimentos alcalinos reagirem no processo de cura com a Família IA (metais alcalinos) e Família IIA (metais alcalinos terrosos) associados a elementos do sub grupo IIIA e IVA acabam formando pares associados, como;

- Alumino-silicatos IIIA e IVA
- Silicatos alcalino-terrosos IIA e IVA
- Aluminatos alcalino-terrosos IIA e IIIA

Diferentemente da cura que ocorria entre apenas as Famílias IA e IIA, explicando o porquê que o concreto se comporta de forma ineficiente apenas na superfície. O cimento alcalino (geopolímero), reage de forma idêntica a uma reação pozolânica rápida que se converte em condições hidrotermais adequadas em fases amorfas ou semicristalina de materiais zeolíticos, imobilizando as partículas. [5]. Alguns trabalhos são apresentados na Tabela 1 descrita a seguir.

Tabela 1: Resumo, Pesquisadores brasileiros em geopolímero.

Autor	Ano	Propósito Principal
Pereira et al	2005	Comparação da microestrutura do concreto de geopolímero com o concreto do cimento Portland
Mauri et al	2009	Análise da durabilidade da argamassa de geopolímero em ambientes agressivos
Barroso	2009	Obtenção de geopolímero com adição de partículas quasicristalina da liga Al-Cu-Fe para a formulação de um compósito
Souza	2009	Desenvolvimento de adesivos alcalino ativado e verificação de sua

		resistência em articulações ligadas de alumínio
Blissari et al	2011	Reuso de cinzas volantes geradas de companhias elétricas
Pinto	2011	Avaliação da influência de resíduos cerâmicos em pastas geopoliméricas
Melo	2011	Entendendo melhor como a estrutura do geopolímero surge a partir da fase do mineral filita, ponto de revisão da mineorologia
Sousa	2011	Uso do Hidróxido de Potássio obtido da água de lavagem do processo de produção do biodiesel para fabricação do geopolímero
Bitencourt et al	2012	Identificação da correta destinação do resíduo de bauxita na aplicação de geopolímeros
Barros et al	2012	Investigação das propriedades adesivas do geopolímero – base adesiva em substrato metálico em superfícies em condições severas
Altidis et al	2012	Avaliação da influencia da incorporação de pós de quasicristais em compósito de geopolímeros para aderência em substratos metálicos
Silva et al	2012	Produção de matrizes de compósitos de geopolímero com adição de quasicristais
Livi	2013	Análise da influencia de fatores severos na produção de geopolímeros com cinzas volantes
Severo et al	2013	Avaliação da viabilidade do uso de resíduo mineral na fabricação do geopolímero
Boca Santa et al	2013	Síntese do geopolímero com a lama de fundo de carvão e papel calcinados como precursores de aluminossilicatos
Pelisser et al	2013	Caracterização das propriedades mecânicas e micro-nanomecânicas do cimento de geopolímeros baseado em metacaolim
Cilla et al	2014	Produção de geopolímeros por espumas do processo “gelcasting”

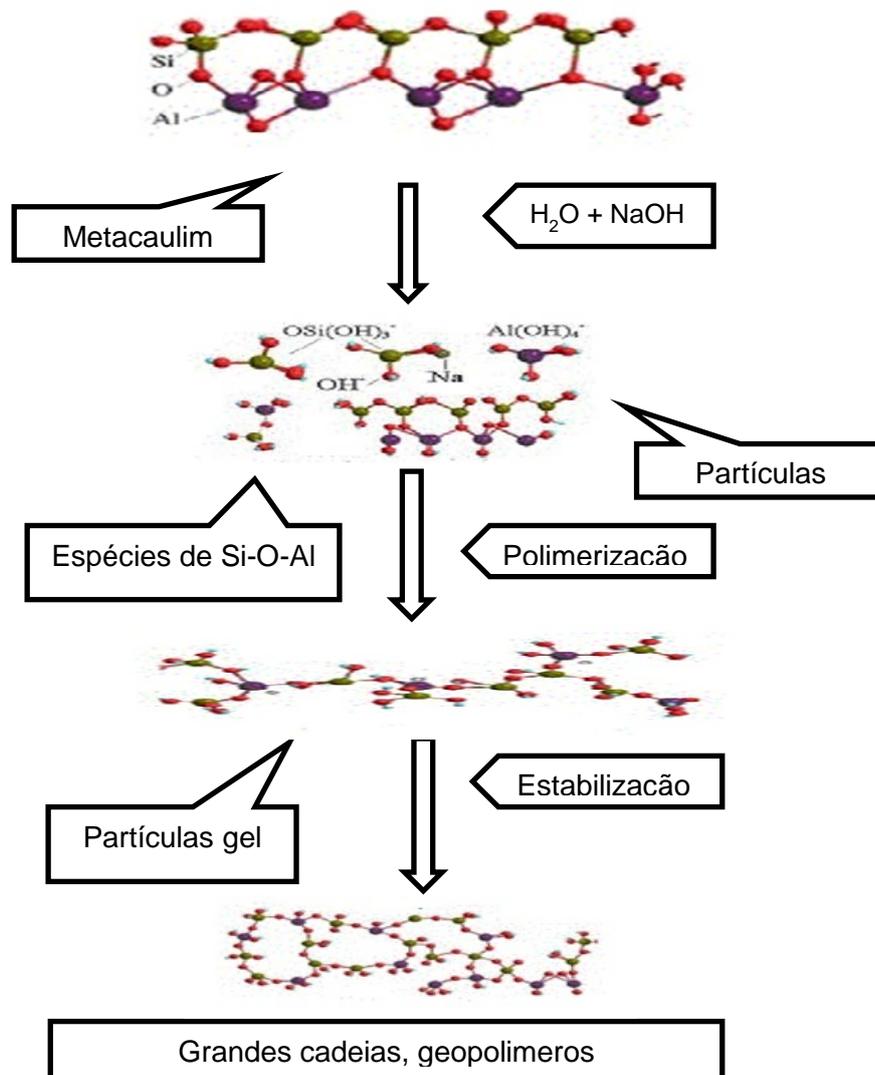
Fonte: Geraldo.R.H (2015)

O geopolímero é um material, ativado com uma solução alcalina. Os trabalhos envolvendo os geopolímeros iniciaram por volta dos anos 50 do século passado. Despertou um interesse grandioso de Viktor Glukhovsk do instituto de engenharia civil de Kiev na Ucrânia, ao perceber o excelente comportamento destes cimentos de base alcalina quando comparado aos cimentos do tipo Portland [5]. Davidovits e outros pesquisadores também contribuíram significativamente com o desenvolvimento do mesmo, foram estudados e desenvolvidos novos materiais com este tipo de cerâmica. Foram trabalhos em várias áreas desde comparações a até o uso de agregados como resíduos para conferir características desejadas. Trabalhos feitos com o uso de diferentes silicatos de sódio e NaOH obtendo amostras de geopolimeros em formato quadrado de 50x50x50 mm, com o uso pó de alumínio como agente de porosidade, com adições de 1,5% de pó de alumínio, obteve-se após 1 dia de cura a 60 °C uma resistência a compressão a frio na faixa de 1,8 a 4,3 MPa e densidades variando de 0,71 g/ml a 1,31 g/ml. [7]. Este material pode ser aplicado em várias áreas do conhecimento como no desenvolvimento de materiais para área metalúrgica (refratários), área ambiental (agregado para passivação de resíduos tóxicos), área civil

(blocos, placas com características desejadas).

Os geopolímeros são obtidos a partir da policondensação de alumino-silicatos sólidos, devido a formação de radicais livres formando uma estrutura amorfa e em algumas vezes cristalinas, conforme Figura 1,[8] .

Figura 1- Mecanismo de formação do geopolímero.

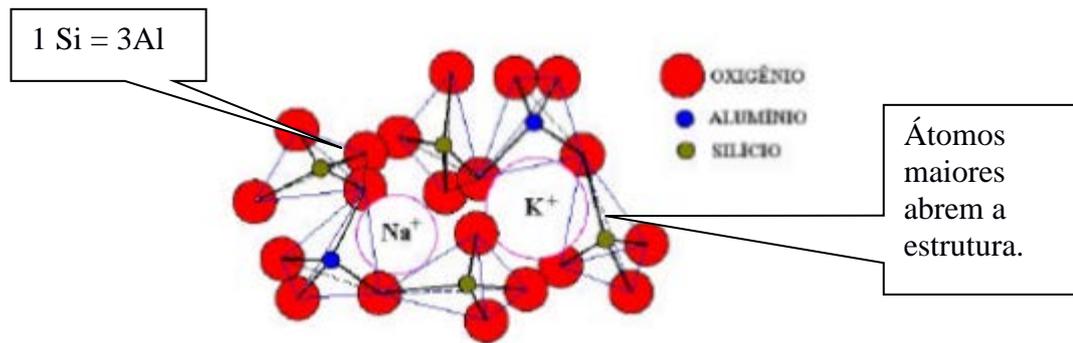


Fonte: Yao et al.(2009), adaptado.

Pode ser ativado por uma base forte como hidróxido de sódio (NaOH), ou hidróxido de potássio (KOH). As reações dos geopolímeros podem ser compreendidas da seguinte forma, necessidade de formação de um precursor através de uma fonte de Alumínio e Silício em meio alcalino que se ligue a outras moléculas ativadas desde que mantido o meio alcalino. O caráter amorfo vem das diversas estruturas espaciais obtidas.

A policondensação ocorre através de uma reação exotérmica com temperaturas em torno de 100-150°C com o uso de NaOH. Dependendo da relação Si/Al, obtém-se produtos com diferentes características. Um geopolímero com relação superior ou igual a 3 tem um arranjo tridimensional com ligações cruzadas chamado de polisiloxossilato ou PSS [9], conforme a Figura 2.

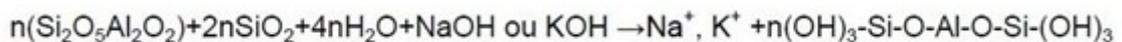
Figura 2 – Representação do arranjo espacial da estrutura de um geopolímero.



Fonte: Pereira, (2005) adaptado

Os geopolímeros são formados por tetraedros de $[\text{SiO}_4]^{-4}$ e $[\text{AlO}_4]^{-5}$ e são definidos como polímeros inorgânicos. Podem ser fabricados a partir de metacaulim, obtido com a calcinação da caulinita, com o uso de uma base forte. A constituição deste material é propriamente de sílica e através de reações de policondensação é possível formar um composto de estrutura amorfa a semicristalina [10]. As reações que demonstram a formação do geopolímero estão descritas abaixo nas Figuras 3 e 4.

Figura 3- Reação de formação do geopolímero inicial.

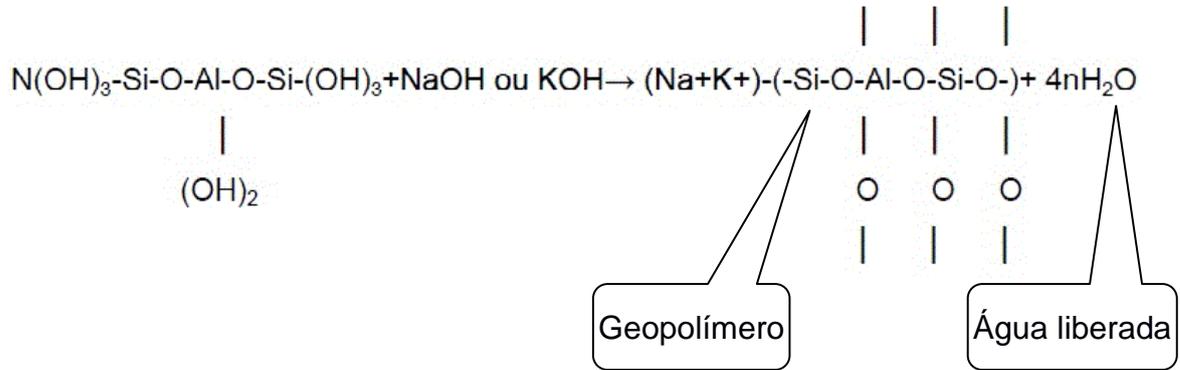


|
(OH)₂

Geopolímero inicial

Fonte: Vassalo. E.A.S (2013), adaptado

Figura 4- Reação de formação do geopolímero liberando água.



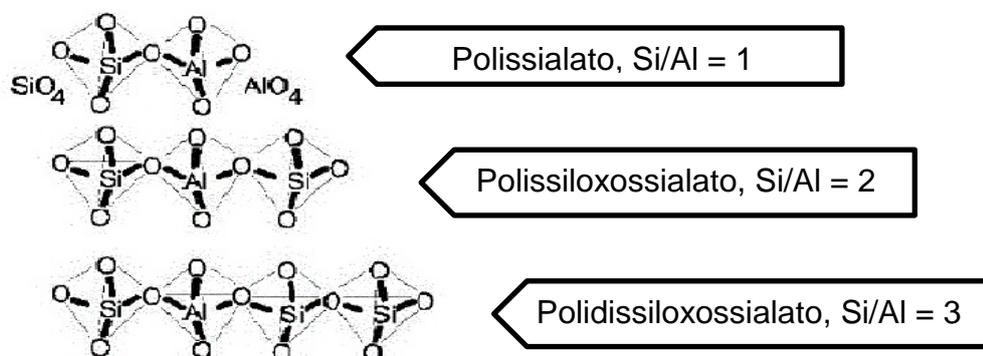
Fonte: Vassalo. E.A.S (2013), adaptado

O termo polímero se refere a grandes moléculas orgânicas com unidades repetidas (monômeros), os geopolímeros são materiais resultantes da investigação geoquímica. O processo de polimerização envolve uma reação química que se processa em meio altamente alcalino com certos minerais como a sílica e a alumina reagindo entre si criando ligações do tipo Si-O-Al-O (sialato),[11].

A estrutura de um geopolímero é similar à de uma zeólita tradicional. São conjuntos de alumino-silicatos cristalino hidratado de metais alcalinos. Sua estrutura consiste em tetraedros de átomos de Alumínio e Silício ligados por íons de Oxigênio. [12].

Os geopolímeros são classificados de acordo com a razão atômica entre Silício (Si) e Alumínio (Al) em três grupos: polissialato (M-PS), polissiloxossialato (M-PSS), poldissiloxossialato (M-PSDS). [13]. A Figura 5 [14] mostra facilmente a diferença de grupo para outro.

Figura 5- Monômeros de formação do geopolímero.



Fonte: Davidovits J.(2002), adaptado.

Presume-se também que os polímeros inorgânicos são sintetizados de maneira similar aos polímeros orgânicos. Isso ocorre por haver a dissolução da alumina e sílica transformando-se em uma solução de silicato ocorrendo a policondensação de monômeros dos ânions alumino-silicatos. DAVIDOVITS foi o primeiro autor a aplicar o termo geopolímero, sendo o primeiro a usar o cálcio livre obtidos em argilas calcinadas.

Quimicamente a designação dada ao geopolímero baseado em aluminosilicatos é polissialato, sendo sialato a abreviação de silico-oxo-aluminato. Este sialato consiste em tetraedros de SiO_4^{4-} e AlO_4^{5-} , ligados alternadamente por compartilhamento de átomos de oxigênio e íons positivos de Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{+2} , Ba^{+2} , NH_4^+ , H_3O^+ que são muitos presentes nos vazios para balancear as cargas negativas liberadas pelo íon Al^{+3} na coordenação tetraédrica. [1].

2.2 – Relações molares.

Muitos autores que trabalham com geopolímero usam relações molares diversas, algumas coincidem com autores renomados [6]. A Tabela 2 mostra dados de relações molares que autores usaram em seus estudos.

Tabela 2- Relações molares verificadas.

Dados de Autores Diversos				
$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$
2,00	5,50	1,00	0,30	7,00
1,58	3,80	1,01	0,20 – 0,48	10,0
2,71	4,70	0,80 – 1,20	0,20 – 0,48	16,0

1,85	3,78	0,80 - 1,60	0,22 – 0,30	11,0
1,60	2,81	0,62		5,94
0,75 – 1,22	3,30 – 4,50	0,62 – 0,93		10,0 – 12,5
	3,80	0,73 – 0,90		14,5
	4,00			10,0 – 25,0
	3,30 – 4,50			14,3
	3,00 – 3,80			11,4 – 13,8
	3,30 – 5,50			
	2,64 – 4,04			
	2,96			
	3,28			
	2,65			
	2,95 – 3,29			

Fonte: Diversos autores; [1], [4], [5], [6], [10], [15], [16], [17], [18], [19].

De forma simplificada a Tabela 3, mostra relações molares de Davidovits em comparação as relações molares de outros autores.

Tabela 3- Comparação de relações molares

Davidovits	Outros Autores
$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 1,85$	$1,22 < \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} < 2,71$
$0,20 < \text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 < 0,48$	$0,20 < \text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 < 0,48$
$3,30 < \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 < 4,50$	$2,84 < \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 < 5,50$
$0,80 < \text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 < 1,60$	$0,62 < \text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 < 1,60$
$10,0 < \text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} < 25,0$	$7,0 < \text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} < 25,0$

Fonte: Diversos autores; [1], [4], [5], [6], [10], [15], [16], [17], [18], [19].

A obtenção das relações molares dependerá do precursor, do ativador, dos aditivos utilizados, a partir de cálculos estequiométricos será possível saber qual relação molar está sendo obtida. Um dos principais precursores é o metacaulim, obtido através da calcinação do caulim.

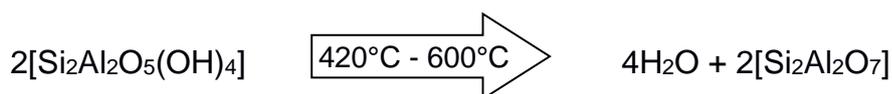
2.3 – O precursor.

O caulim é a matéria base para a formação do metacaulim, sabendo que outras fontes que possuam silício e alumínio podem ser usadas como a escória de alto forno. Para a formação do geopolímero, é importante saber que o caulim é uma argila, pode-se ter mais de 100 registros de aplicações industriais das argilas podendo encontrar seu

uso nas diversas áreas; agricultura, engenharias, construções, remediações ambientais, geologia e diversas outras aplicações. [20]. Basicamente a primeira definição de argilas, é que são rochas de incidência natural na natureza e basicamente são compostos de minerais comumente chamados de argilominerais. O primeiro estudioso em argila foi o americano geologista Prof. Heinrich Ries, da Universidade Cornell. Os estudos e pesquisas de muitas propriedades das argilas estão descritas em (Ries, 1908) [20].

A fórmula estrutural da caulinita ou caulim é $Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$ e teoricamente a composição química é SiO_2 , 46,54%; Al_2O_3 , 39,50%; e H_2O , 13,96%. Somente dois terços das posições octaédricas são preenchidas por átomos de alumínio. Os átomos de alumínio são rodeados por quatro oxigênios e oito hidrogênios [20].

A decomposição térmica da caulinita em metacaulinita obedece a equação:



Temos a caulinita ($2[Si_2Al_2O_5(OH)_4]$) decompondo termicamente liberando água e restando a metacaulinita sólida ($2[Si_2Al_2O_7]$). Podem-se considerar dois tipos de metacaulinita:

Metacaulinita I – Ocorre quando a metacaulinita preserva alguma ordem estrutural devido a retenção de alguns grupos OH.

Metacaulinita II – Corresponde a metáfase $2SiO_2 \cdot Al_2O_3$ com desordem estrutural.[21].

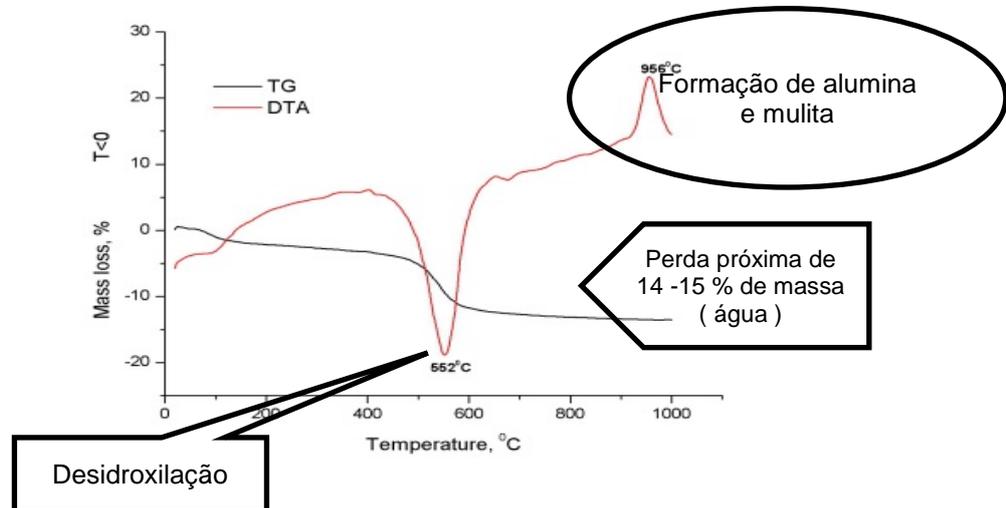
A caulinita é facilmente encontrada na natureza. A calcinação é usada para mudar o número de coordenação do alumínio de VI para IV, obtendo-se uma instabilidade química provocando uma desordem na estrutura cristalina do material para melhorar sua reatividade na presença de demais reagentes durante a síntese do geopolímero.

[22]

Importante saber que a transformação do caulim para metacaulim ocorre com a calcinação do caulim em temperaturas na faixa de $450^\circ C - 650^\circ C$. [23]. Em temperaturas abaixo de $200^\circ C$ a água contida nos poros começa a se desprender, entre $200^\circ C - 450^\circ C$ ocorre a perda de massa devido a pré-dehidroxilação resultante da reorganização das camadas octaédricas. Em temperaturas de $450^\circ C - 650^\circ C$ a dehidroxilação termina transformando o caulim em metacaulim. As Figuras 6 e 7 abaixo demonstram ensaios de análise termogravimétrica e termodiferencial

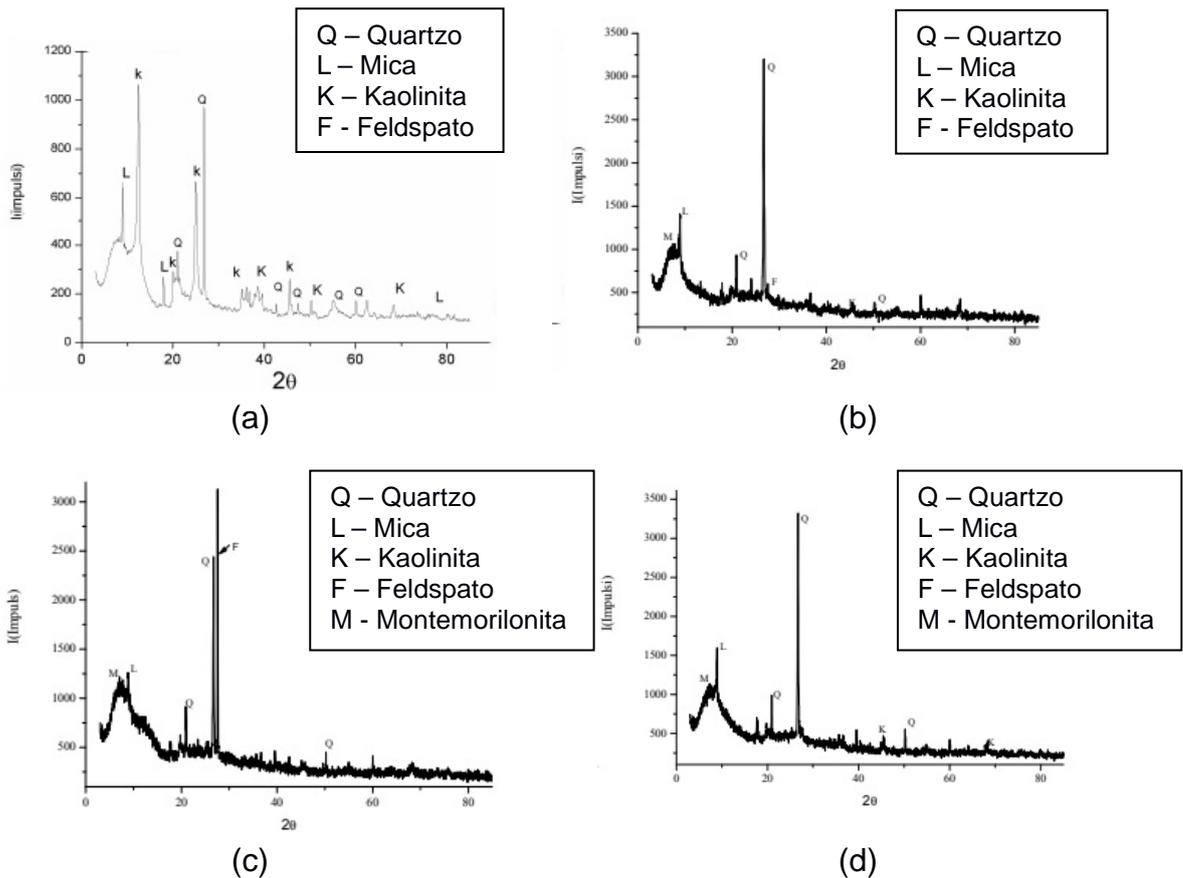
(TG/DTA) do caulim e difração de raios X (DRX) do caulim antes da calcinação e depois, já como metacaulim respectivamente. [23].

Figura 6 – TG/DTA do caulim.



Fonte: Biljana et al (2010), Adaptado.

Figura 7 - Espectros de difração de raios X, caulim (a), após a calcinação a 600 °C por 90 min (b), após calcinação a 650 °C por 90 min (c) e após calcinação a 700 °C por 60 min (d)



Fonte: Biljana et al (2010), Adaptado.

2.4 – Propriedades e características do geopolímero.

Nos estudos realizados com geopolímeros, pesquisadores verificaram que a solução alcalina não interfere na resistência mecânica, mas sim a concentração utilizada na massa geopolimérica. Que a solução de NaOH é melhor que a de KOH devido o tamanho do átomo de sódio ser menor que o átomo de Potássio e também por ocorrer maior liberação de íons Si^{+4} e Al^{+3} promovendo melhoria nas propriedades mecânicas. As concentrações da solução alcalina variaram desde 5 mol/litro a até 16,5 mol/litro e que melhores resultados em termos de resistência mecânica (60 a 70 MPa) foram obtidos nas concentrações de 10 mol/litro a 15 mol/litro. A agitação utilizada pelos pesquisadores foi de modo moderada e alta, o tempo de cura em temperatura ambiente com ou sem umidade foi variável, sendo de 3 dias a 60 dias onde os melhores resultados ficaram nos testes de 28 dias. E a cura em estufa também foi variável de 45°C a até 85°C num período que também foi variável de 22 horas a até 72 horas. Os melhores resultados verificados ficaram com o uso de 65°C num tempo de 48 horas a 72 horas. Relações de solução alcalina / massa do precursor ficaram entre 0,50 ; 0,55 ; 0,60 e até 1,25 onde melhores resultados alcançados foram obtidos

com relações na ordem de 0,50 e 0,60. Os corpos de prova que foram usados pelos autores de alguns trabalhos, seguiram formato cilíndrico com diâmetro de 25 mm a 30 mm e altura de 50 mm a 60 mm, conforme as respectivas normas NBR-7222-94 e ASTM D1633 com alguns ajustes [1], [15], [16], [24]. Para a formação do geopolímero desejado é constatado que o metacaulim reage com a base (NaOH), fornecedora de íons Na⁺, mas devido a composição do metacaulim há pouca quantidade de íons Na⁺, é necessário usar outras fontes de íons Na⁺.

2.5- Porosidade.

A porosidade é intrínseca dos materiais, ou seja, ela existe e pode ser aumentada ou diminuída. Alguns materiais podem ser usados para fazer esse controle de porosidade e conseqüentemente de densidade.

2.5.1- Adição de materiais que volatizam na queima;

Nessa categoria pode-se usar serragem, isopor, palha de arroz, cortiça, casca de coco, papelão. [12]. Todos esses materiais podem promover a formação de poros após a queima, pois eles se volatizam deixando vazios.

2.5.2- Método de replica;

Consiste na impregnação de uma suspensão cerâmica numa esponja, geralmente de poliuretano. Depois da secagem a mesma é removida por queima, obtendo-se um material com porosidade aberta tendo microestrutura semelhante à da esponja precursora. [25]

2.5.3- Método de Gelcasting de espumas cerâmicas;

Consiste na produção de uma suspensão cerâmica com monômeros vinílicos e divinílicos que polimerizam in situ¹ consolidando o material. Um grande desafio é manter a ausência de oxigênio para não prejudicar a polimerização e um grande problema é que os monômeros são tóxicos e algumas vezes cancerígenos. [25]

1

No caso a reação ocorre na própria suspensão, sem haver necessidade de fazer antes para depois adicionar na suspensão cerâmica.

2.5.4- Método de Coagulação e Gelificação;

As aluminas porosas podem ser fabricadas por coagulação e gelificação através de uma espuma cerâmica, o agente espumante é adicionado na suspensão cerâmica e a mistura é intensamente agitada promovendo incorporação de ar e consequentemente porosidade. [25]

2.5.5- Método de incorporação de ar;

A incorporação de ar apresenta algumas vantagens na obtenção das cerâmicas porosas refratárias, tais como baixo custo e uso de aditivos atóxicos. Fundamentalmente há duas maneiras de se incorporar ar ou outros gases à mistura cerâmica. A primeira é a adoção de reações químicas in situ, como por exemplo, a liberação de hidrogênio pela reação da água com o pó de alumínio metálico resultando numa estrutura com poros na forma capilar. A outra forma é adição de espuma aquosa a suspensão cerâmica e forte agitação, resultando em poros esféricos. [26]

As cerâmicas obtidas pelos processos atuais não possuem controle da homogeneidade e porosidade microestrutural, características estas que podem influenciar as propriedades finais do produto, pois ainda é uma limitação. [25]. Mas sabe-se que o método de Coagulação e Gelificação tem se mostrado um método eficiente na obtenção de corpos de alta porosidade (>70%) e tamanhos de poros pequenos (<10 μ m). [26]

2.6 – Isolamento térmico.

Todos os materiais demonstrados na Tabela 4, exceto a argila expandida, possuem uma desvantagem em relação ao material desenvolvido neste trabalho, eles são combustíveis. Dentre eles o único material que não é combustível é a argila expandida, o que a diferencia do geopolímero – GSS, é a sua forma de apresentação, uma vez que a argila expandida é encontrada sempre em forma esféricas (bolinha) e o geopolímero - GSS poderá tomar a forma desejada. Para o uso em acústica a diferença do geopolímero – GSS com a argila expandida, é que o primeiro não precisará ser queimado, enquanto o segundo é queimado. A aplicação da argila expandida é diretamente em pisos e serve basicamente de cobertura, o *GF* poderá ser aplicado em pisos e paredes como lajota ou placas.

Tabela 4 – Materiais isolamentos térmicos e acústicos.

Materiais	Característica	Uso em Isolamento Térmico	Uso em Isolamento Acústico
Aglomerante de cortiça	Condutividade térmica a 20°C K=0,040 W/m°C	X	
Espuma de poliuretano	Condutividade térmica a 20°C K=0,036 W/m°C para densidade de 30-60 Kg/m ³	X	X
Lã de rocha	Condutividade térmica K=0,030 W/m°C	X	X
Lã de vidro	Condutividade térmica a 20°C K=0,038 W/m°C para 20 Kg/m ³ , K=0,042 W/m°C para 16 Kg/m ³ , K=0,045 W/m°C para 12 Kg/m ³	X	X
Poliestireno expandido	Condutividade térmica K=0,037 W/m°C	X	
Poliestireno extrudado	Condutividade térmica K=0,035 W/m°C	X	
Fibra de coco	Resistência e durabilidade		X
Vermiculita	Baixa densidade de 80 a 120 Kg/m ³		X
Argila expandida	Baixa densidade, Material inerte, resistência.	X	X
Geopolímero	Condutividade térmica K=0,207 W/m°C a 0,120 W/m°C	X	

Fonte: Catai.R.E et al (2006).

Para o uso em isolamento térmico uma característica importante é a condutividade térmica, ela é uma característica intrínseca do material e mostra a capacidade do material em transportar calor. A unidade da condutividade térmica é $W/m.K$ ou $cal/s.cm.^{\circ}C$. As cerâmicas são amplamente utilizadas em aplicações que exigem tolerância a temperaturas elevadas. Nesse aspecto as cerâmicas são melhores materiais, pois apresentam propriedades interessantes como alto ponto de fusão ou degradação, baixa reatividade a alta temperatura e baixa condutividade térmica. Os metais possuem condutividade térmica bem maior que as cerâmicas, o processo de transporte de calor é associado a três modos; Transmissão por elétrons, Transmissão por fônons e Transmissão por radiação [27].

Vamos ater a Transmissão por fônons que é como se comporta a transmissão de calor nas cerâmicas. Quando um átomo é deslocado, ele deforma as suas ligações com outros átomos, a um grosso modo o átomo está preso por molas (ligações) e ele estica ou comprime essas molas fazendo que outros átomos sofram as mesmas deformações, ocorrendo essas sucessivas deformações nas ligações entre os átomos na estrutura acontecerá vibrações de ordem molecular. Essas vibrações se assemelham a ondas que se propagam na rede cristalina e a vibração total desta rede está associada a uma superposição de muitas ondas, a estas ondas se dá o nome de fônons. Os fônons gerados nas regiões de maior temperatura se propagam para regiões de menor temperatura, transportando o calor. Com este mecanismo de Transmissão de calor por fônons a condutividade pode ser descrita por:

$$k = s * c * (\lambda / 3)$$

Onde:

s, é o calor específico do material (quantidade de calor por unidade de volume disponível),

c, é a velocidade e quantidade de portadores de calor (elétrons ou fônons),

λ , é o livre caminho médio do portador de carga.

O Livre caminho médio é influenciado pela quantidade de defeitos numa estrutura, pois os fônons se propagam pela estrutura de uma forma não retilínea, eles fazem desvios devido a colisões com outros elétrons ou fônons e defeitos como interstícios, impurezas, discordâncias, contorno de grãos etc. Portanto quanto maior o número de desvios, menor será o livre caminho médio, conseqüentemente, menor a condutividade térmica [27].

Como as cerâmicas são constituídas por íons de diferentes cargas, tamanhos e massas o desvio dos fônons é inevitável. O livre caminho médio nas cerâmicas é menor que o dos metais e resulta que a condutividade térmica é menor.

Já os poros podem contribuir com a condutividade térmica, pois os mesmos são cheios de gás e o gás é um péssimo condutor de calor. De fato é verdadeira a informação, pois em trabalhos de M. M. Akiyoshi et.al. [28] e em trabalhos de G. O. V. Luis Paulo, 2014 [29], é verificado os mesmos dados e informações. Foi observado que a quantidade de poros proporciona ao material uma menor densidade volumétrica e a condutividade térmica diminui quando a densidade volumétrica diminui. Dessa forma é possível correlacionar que quanto mais poros houver, menor será a condutividade térmica [28]. No entanto os poros facilitam a propagação de radiação,

aumentando a condutividade térmica, mas é tão pequeno o aumento que não compromete o uso das cerâmicas para tais finalidades como isolante térmico e refratários [27].

O geopolímero estudado por G. O. V.Luis Paulo, 2014 [29], com o uso de caulim posteriormente tratado e transformado em metacaulim e ativado com NaOH, usando alumínio como agente formador de poros, foi obtido um valor de condutividade variando de 0,207 W/m.°C a 0,120 W/m.°C, respectivamente valores mais altos e mais baixos. Em média o valor de condutividade obtido no decorrer de seus experimentos foi de 0,152 W/m.°C, tanto a média como o valor mais baixo obtido em seu estudo ficaram acima do ideal, que seria um valor de 0,100 W/m.°C. O autor considerou que os resultados foram promissores e seriam bons se ficassem muito mais próximo do valor ideal mencionado. Os seus melhores resultados foram com o uso de uma relação igual a 0,6 de NaOH / metacaulim e com o uso de uma porcentagem maior de alumínio (1,2%), obtendo se assim os menores valores de condutividade térmica. Também relacionou a resistência mecânica com a quantidade de poros e concluiu que quanto menos poros, maior será a resistência a compressão. Nesta composição o autor obteve valores de 5,55 MPa, sendo que em outra composição obteve o maior valor de resistência a compressão igual a 8,3 MPa. [29].

2.7 – Conclusão da revisão.

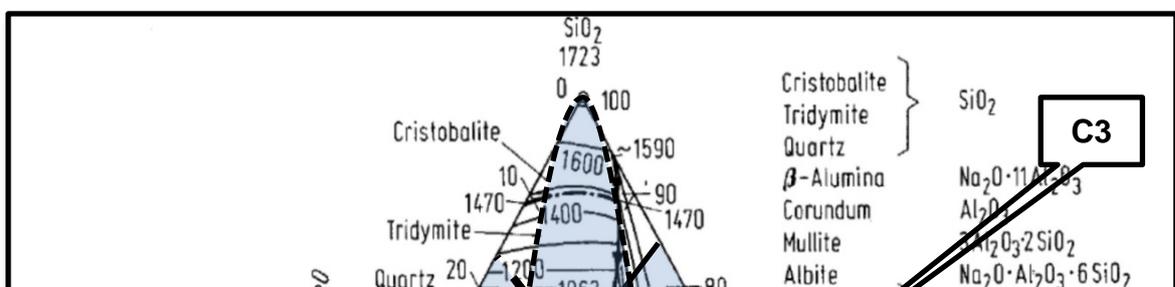
Na revisão foi constatado que as bases alcalinas mais utilizadas são de NaOH e KOH, por muitas vezes o precursor é o metacaulim. Os geopolímeros são classificados em três grupos: polissialato (M-PS), polisiloxossialato (M-PSS) e polidisiloxossialato (M-PSDS) que podem ser obtidos dependendo da relação molar de Si/Al obtido na sua composição. Davidovits depois de diversos trabalhos efetuados sugere algumas relações molares como primordiais, conforme citado anteriormente. Uma gama de pesquisadores desenvolveram trabalhos com geopolímeros obtendo densidade na ordem de 0,7 a 1,30 g/ml e resistências mecânicas de 2 a 60 MPa, relações molares próximas as relações sugeridas por Davidovits. Todo o trabalho de revisão contribuiu de forma significativa para o desenvolvimento do geopolímero – GSS

Capítulo 3 - Materiais e Métodos

3.1 – Introdução.

Para a formação do geopolímero - GSS foram selecionados materiais como alumina calcinada, silicato de sódio, microssilica e escória. O geopolímero – GSS desenvolvido se enquadra em uma cerâmica não tradicional e tem em sua composição três componentes principais, a alumina, o óxido de sódio e o óxido de silício, permitindo dessa forma a interpretação do diagrama de fases ternário em massa [30], do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ para podemos estudar as contribuições de cada um desses três componentes e obter o resultado final desejado como temperatura ideal de queima e a formação de fases conhecidas. A Figura 8 e 9 a seguir representa o diagrama de fase ternário do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ com as regiões molares de Davidovits demarcadas através do cálculo e com auxílio de uma tabela de conversão contida no apêndice e os pontos C1, C2, C3 e C4 ; C1', C1E, C2' e C2E obtidos respectivamente. A localização dos pontos demarcados no diagrama ternário foi feita através de cálculos estequiométricos representados na Figura 10.

Figura 8- Diagrama de fase ternário massa do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ com pontos obtidos de C1, C2, C3 e C4.



Fonte: Stahleisen, (1995), adaptado.

Os percentuais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ demarcados na Figura 8 representando as composições C1, C2, C3 e C4 estão descritos na Tabela 5.

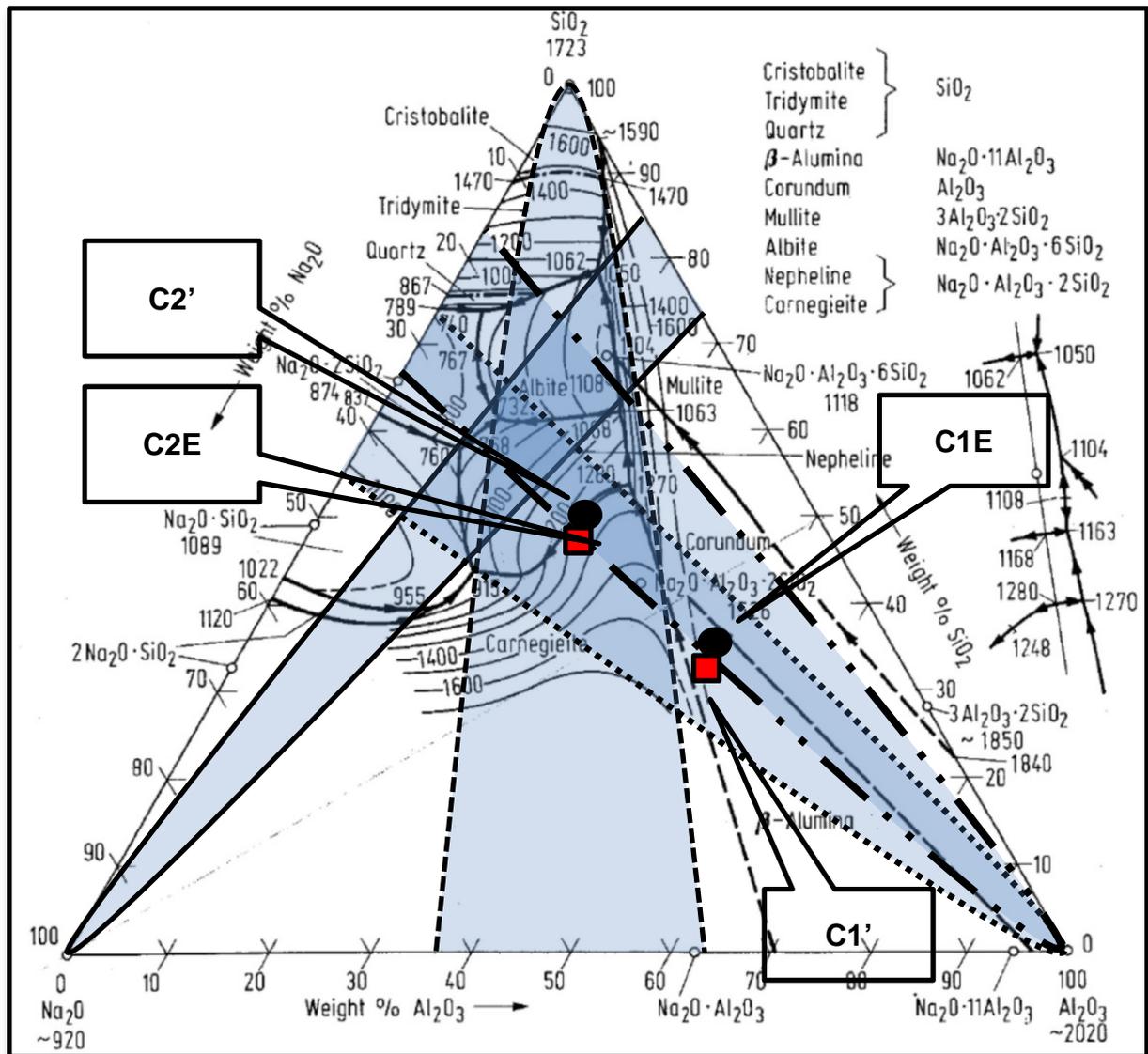
Tabela 5 – Percentuais de C1, C2, C3 e C4 em relação ao sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$.

Composição	Percentuais			Fase desejada
	Al_2O_3	Na_2O	SiO_2	
C1	50,1	19,0	31,0	β -alumina

C2	30,6	30,3	39,1	Carnegieita
C3	34,0	4,7	61,3	Mulita
C4	44,0	10,4	45,8	Corundum

Fonte: Dados do autor, (2018).

Figura 9 - Diagrama de fase ternário massa do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ com pontos obtidos das composições C1', C1E, C2', C2E.



Fonte: Stahleisen, (1995), adaptado.

Os percentuais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ demarcados na Figura 9 representando as composições C1', C1E, C2' e C2E estão descritos na Tabela 6.

Tabela 6 – Percentuais de C1', C1E, C2' e C2E em relação ao sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$.

Composição	Percentuais			Fase desejada
	Al_2O_3	Na_2O	SiO_2	
C1'	43,7	22,5	33,9	β -alumina
C1E	43,7	18,5	37,5	β -alumina
C2'	28,0	21,1	51,3	Carnegieita
C2E	26,1	23,5	50,4	Carnegieita

Fonte: Dados do autor, (2018).

Os cálculos estequiométricos também foram feitos com auxílio do MS Excel[®] do computador sendo representado abaixo. A Figura 10 mostra a planilha de cálculos correspondentes as composições C1, C2, C3, C4 e C1', C1E, C2' e C2E.

Figura 10 – Planilha de cálculo estequiométrico

Planilha Estequiométrica			NOME=	Dados Hipotéticos			DATA	01/11/2018			
PELO SOLVER	42,1%	METACULIM	Relação 1:1H ₂ O:NaO	concentração de NA %	SERRAGEM / FIOS	TOTAL SER / FIOS	PERCENTUAL				
	18,6%	SILICATO	48		8,4	8,4	9,98%				
	9,1%	NAOH	Apenas água	7,14	1,1	1,1	2,96%				
BASE (g)	0,0%	MICROSSILICA	15,00		DEXTRINA/PG 10%		0,00%				
200	12,6%	ALUMINA CA			QTD USADO substancias		4 INSUMOS		MTOTAL		
	7,3%	ESCORIA	63								
AS CORES DE FUNDO SIGNIFICA CONTRIBUIÇÃO	84,2	METACULIM	179,4		85	METACULIM	181	189,4			
	37,2	SILICATO			38	SILICATO					
	18,2	NAOH			18	NAOH			%H ₂ O	33,26	
	0	MICROSSILICA			0	MICROSSILICA					
	25,2	ALUMINA CA			25	ALUMINA CA					
	14,6	ESCORIA			15	ESCORIA					
	70	H ₂ O 35%		63	H ₂ O	34,81%					
1 REAÇÃO	1	MTC	2 dioxido de sódsete	1	óxido de sód	1	óxido de silício	1	alumina	3	água
PM		197,9	40		61,98		60,08		101,8		18
calculo		197,9	80		61,98		60,08		101,8		54
					0		0		0		
USADO/OBTIDO		85	18		13,91		0		0		
				+	1,36	+	25,84	+	24,9625	+	63
				+	11,78	+	51,85	+	30,6	+	
				+	0,00	+	1,25	+	1,86		
					0,00	+	5,05		0		
Total		85	18		27,05		83,9875		57,4255		63
mols		0,43	0,45		0,43635		1,40		0,56		3,50
PONTOS CALCULADOS		DESEJADOS									
%NA ₂ O	16,05		R H ₂ O/NA ₂ O (mol)	8,02	R SiO ₂ /NA ₂ O (mol)	3,20					
%SiO ₂	49,86		R H ₂ O/NAOH (mol)	7,78	R NA ₂ O/AL ₂ O ₃ (mol)	0,77					
%AL ₂ O ₃	34,09		R SiO ₂ /AL ₂ O ₃ (mol)	2,48							
			R AL ₂ O ₃ /NA ₂ O (mol)	1,29	R V/MTOTAL	0,333					
SOMA	100,000		R NA ₂ O/SiO ₂ (mol)	0,31	R NAOH/MTC	0,212					
TOTAL											168,458

Fonte: Dados do autor, (2018).

Para obtenção das fases desejadas (β -Alumina, Carnegieita, Mulita e Corundum), a formação das composições foram modeladas com o uso da ferramenta solver, uma opção avançada do excel para correlacionar vários fatores. O solver é também chamado de ferramenta de análise hipotética. É utilizado para achar um valor ideal ou próximo da idealidade em uma função, por muitas vezes chamada de função objeto. O programa correlaciona um grupo de fatores diretos e ou indiretos com a função objeto e realiza os cálculos das possíveis variações no sistema para que seja possível de uma forma rápida parametrizar os dados e utilizá-los. [31]. O uso do solver é disponibilizado na própria ferramenta MS Excel ® é utilizado para a determinação de relações molares específicas dos componentes envolvidos para obter propriedades finais distintas, em função da fase obtida.

3.2 – Composições obtidas.

As Tabelas 7 e 8, abaixo mostram os percentuais obtidos para as composições C1, C2, C3, C4 e C1', C1E, C2' e C2E, após os cálculos do solver.

Tabela 7 - Percentuais em massa de C1, C2, C3 e C4

Materiais	Porcentagem em massa			
	C1	C2	C3	C4
Metacaulim	48,0%	57,0%	83,0%	67,0%
Silicato de Sódio	0,0%	0,6%	11,0%	4,0%
Hidróxido de Sódio	22,0%	35,0%	0,0%	10,0%
Microssilica	0,0%	0,5%	1,4%	0,3%
Alumina Calcinada	30,0%	7,3%	5,0%	19,5%

Fonte: Dados do autor, (2018).

A Tabela 8, mostra os percentuais em massa C1', C1E, C2' e C2E da Etapa 2.

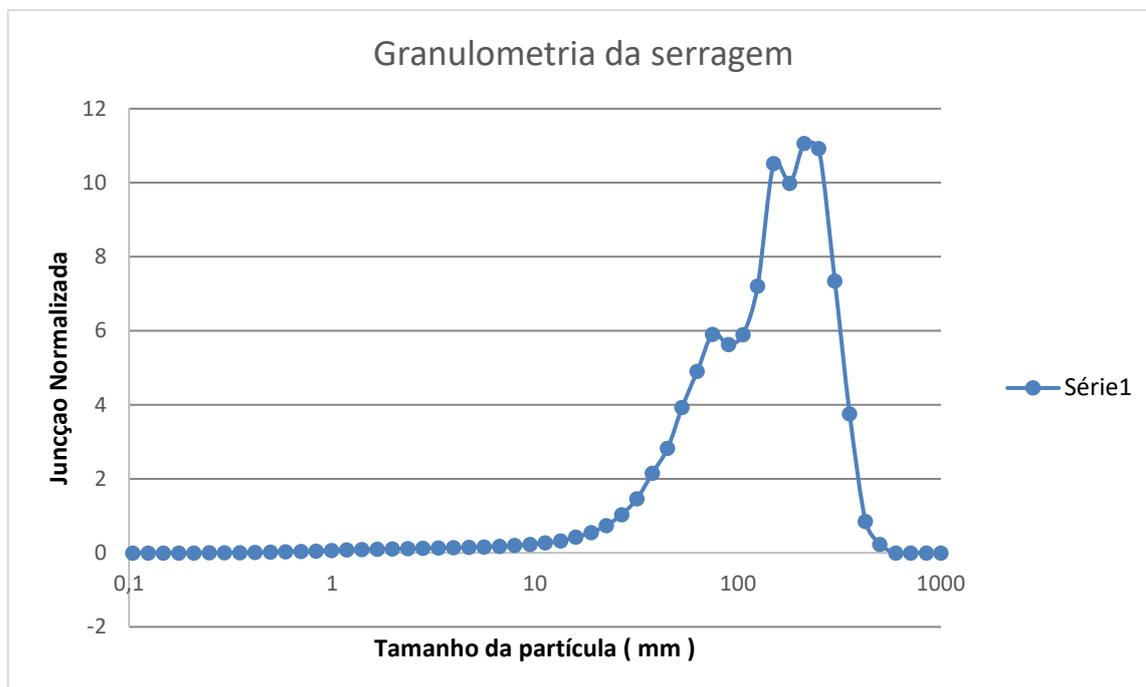
Tabela 8 - Percentuais em massa de C1', C1E, C2' e C2E

Materiais	Porcentagem em massa			
	C1'	C1E	C2'	C2E
Metacaulim	41,0%	41,0%	66,6%	52,1%
Silicato de Sódio	4,1%	0,0%	9,5%	8,6%
Hidróxido de Sódio	22,0%	22,0%	19,8%	19,1%
Microssilica	4,1%	4,1%	2,8%	0,0%
Alumina Calcinada	25,0%	25,0%	1,9%	2,6%
Escória de Alto Forno	0,0%	8,2%	0,0%	17,3%

Fonte: Dados do autor, (2018).

As amostras obtidas foram designadas como C1, C2, C3 e C4 na primeira etapa, sendo quem em seguida na segunda etapa as amostras otimizadas foram designadas como C1', C1E, C2' e C2E. As amostras C1E e C2E possuem em sua composição escória de alto forno, que é uma fonte de SiO_2 , Na_2O e Al_2O_3 e fácil obtenção. A serragem foi escolhida como agente de porosidade por ser um material considerado como rejeito da fabricação de móveis, madeiramento (vigas, tábuas, pontaletes e outros) e corte, o sisal foi escolhido por se uma fibra resistente e também facilitar no processo de cura e proporcionar resistência mecânica para manuseio da amostra. A granulometria da serragem é diversificada, sendo encontrado desde pós até lascas. A granulometria usada variou de 0,0 até 0,3 mm, densidade de $0,318 \text{ g/cm}^3$. A curva da granulometria está representada na Figura 11 abaixo. O sisal (algave sisalana) usado foram cortadas com 5 mm de comprimento por 0,16 mm em média de espessura

Figura 11 – Granulometria da serragem



Fonte: Dados do autor, (2018).

O geopolímero – GSS desenvolvido será analisado na sua secagem e também em sua queima. Como uma parte do material será queimada, a serragem e o sisal (algave sisalana) proporcionará poros uma vez que esses materiais irão volatizar.

As amostras de geopolímero - GSS que serão analisadas apenas em sua secagem em temperatura ambiente, é designada como TA, as amostras que sofreram tratamento térmico, ou seja, queimada, é designada como TT e HT.

3.3 – Materiais Utilizados e Procedência.

Os materiais utilizados em todo o desenvolvimento estão descritos conforme a Tabela 9. As procedências dos materiais estão descritas na Tabela 10.

Tabela 9 - Materiais Utilizados

Materiais	Classificação	Função
Metacaulim	Ligante/Precursor	Dar estrutura e formação do

		geopolímero
Hidróxido de sódio	Ativador	Ativador fonte de Na ⁺
Silicato de sódio	Ativador	Ativador fonte de Na ⁺
Alumina calcinada	Aditivo	Fonte de Al ₂ O ₃
Microsilica	Aditivo	Fonte de SiO ₂
Escória (2º- Etapa)	Aditivo/Ativador	Fonte de Na ₂ O Al ₂ O ₃ SiO ₂
Polietileno glicol	Aditivo	Minimizar os efeitos de trincas
Serragem	Agente de porosidade	Criar porosidade após a queima
Sisal	Agente de cura e porosidade	Melhorar a cura dos corpos de prova
Graxa de silicone	Desmoldante	Para facilitar o desmolde

Fonte: Dados do autor, (2018).

Tabela 10 – Procedências/fornecedores.

Material	Procedência
Metacaulim	Metacaulim do Brasil Indústria e Comércio LTDA
Hidróxido de Sódio	Reagentes Analíticos Casa Americana de artigos para Laboratório LTDA
Silicato de Sódio	Diatom Mineração LTDA
Alumina Calcinada	Fornecedor Almatix A-1000SG
Microsilica	Fornecedor EUA Elkem 960
Escória (2º- Etapa)	Cedido pela Usiminas
Polietileno glicol	Synth S/A
Serragem	Fornecedores locais
Sisal	Embrafios Indústria e Comércio e Exportação LTDA
Graxa de silicone	Synth S/A

Fonte: Dados do autor, (2018)

3.4 – Características dos Materiais Utilizados.

Tabela 11 - Materiais e especificações

Material	Composição
Metacaulim	SiO ₂ -57%, Al ₂ O ₃ -34%, CaO + MgO < 0,1%, SO ₃ < 0,1%, Na ₂ O < 0,1%, Equilíbrio Alcalino Na ₂ O < 1,5%, Fe ₂ O ₃ -2%, TiO ₂ -1,5%.
Hidróxido de Sódio	NaOH grau PA.
Silicato de Sódio	Na ₂ O -31,0%, SiO ₂ -68,0%.
Alumina Calcinada	Al ₂ O ₃ – (CAS-1344-28-1).
Microsilica	Na ₂ O -0,1%, Al ₂ O ₃ -0,05%, SiO ₂ -99,85%.
Escória (2°- Etapa)	Na ₂ O -0,215%, Al ₂ O ₃ -11,7%, SiO ₂ -46,5%.

Fonte: Dados do autor, (2018).

3.5 – Equipamentos Utilizados.

Tabela 12 – Equipamentos utilizados.

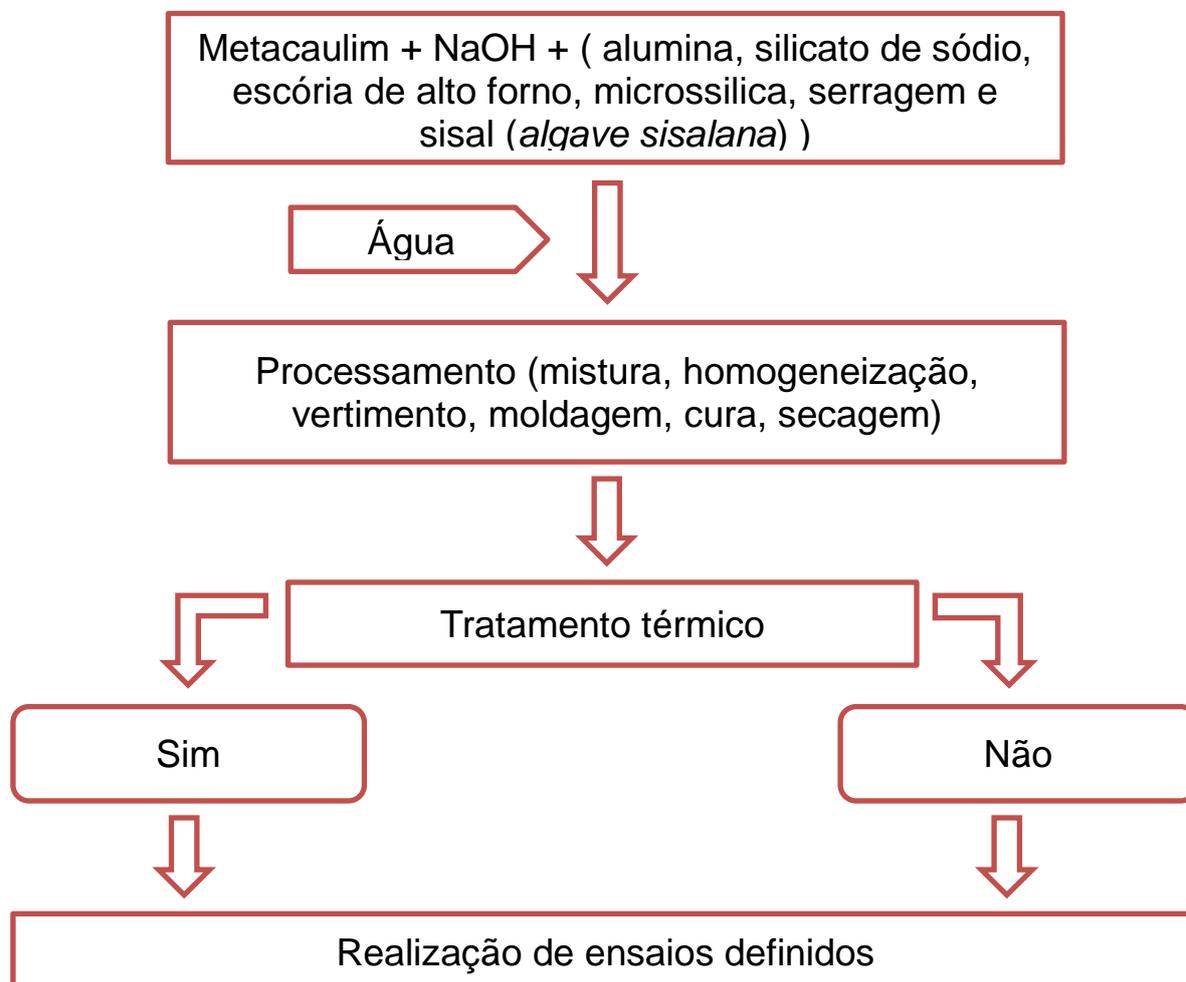
Equipamentos	Descrição	
	Marca	Modelo
Mesa vibratória	Delta Med	Mesa
Balança analítica	Shimadzu	AUY220
Peneira	Bertel	Tyler/Mesh 48
Estufa	Tecnal	TE-393/80L
Forno	Jung	LF04213
Máquina de ensaio de resistência	Kratos	Universal célula de carga 5000kgf
Purificador de água	Quimis	Q-180M
Aparato de ensaio de elasticidade	ATCP	SA-BC
Microscópio eletrônico de varredura	FEI	Inspect-F50
Equipamento de DRX	Bruker	D8 Advance

Fonte: Dados do autor, (2018).

3.6 – Processo Experimental.

O preparo das amostras seguiu as etapas descritas na Figura 12.

Figura 12 – Fluxograma do processo experimental



Fonte: Imagem do autor, (2018)

Foram usados dois tipos de moldes, um maior e outro menor. Na primeira etapa as amostras C1, C2, C3 e C4 foram feitas nos moldes menores. Na segunda etapa as amostras C1', C1E, C2' e C2E foram feitas nos moldes maiores para também ser realizados os ensaios de elasticidade. As dimensões dos moldes cilíndricos foram de 25 mm de diâmetro por 31 mm de altura e 25 mm de diâmetro por 80 mm de altura, cortados longitudinalmente para facilitar o desmolde, estão ilustrados na Figura 13.

Figura 13 – Moldes cilíndricos em PVC utilizados



Fonte: Fotos do autor, (2018)

Foram feitas 12 amostras de cada composição, sendo 4 amostras para controle, 4 para ensaios em TA e 4 para ensaios em TT

As figuras a seguir mostram de forma ilustrativa o processo de execução das amostras de geopolímero – GSS. O procedimento de homogeneização foi realizado de forma manual, nas duas etapas, devido a quantidade pequena de material, inviabilizando o uso de máquina agitadora. A mistura foi homogênea e aos poucos foi adicionada a serragem e sisal (*algave sisalana*) de forma constante, a princípio em quantidades de 9,0%, 10,0% e 11,0% em massa referenciando o caulim. A Figura 14 mostra o arranjo genérico montado para a execução das massas.

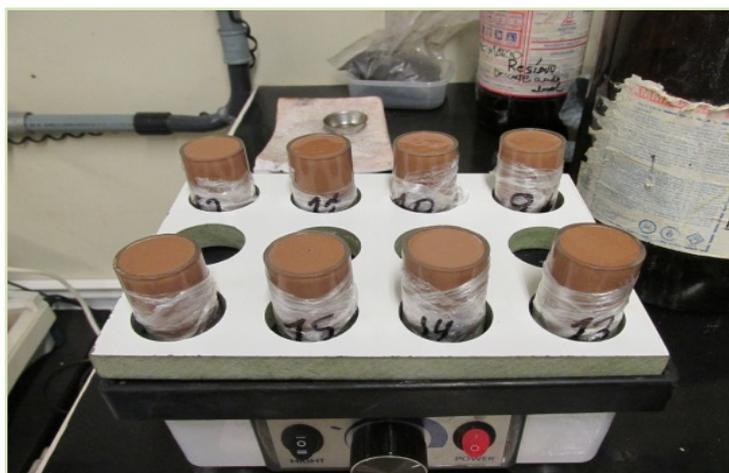
Figura 14 – Arranjo para preparo das amostras



Fonte: Fotos do autor, (2018)

As bolhas das amostras foram retiradas com o uso de uma mesa vibratória por 5 minutos no modo de vibração média, a Figura 15 a seguir ilustra o procedimento.

Figura 15 - Uso de mesa vibratória para retirada de bolhas.



Fonte: Fotos do autor, (2018)

A cura foi feita em um período de cura 10 dias sendo distribuídos em 4 dias em temperatura ambiente, 5 dias em estufa a 60°C e 1 dia em estufa a 100°C. A Figura 16 abaixo mostra o processo de cura.

Figura 16 – Processo de cura.



Fonte: Fotos do autor, (2018)

3.7 – Ensaio.

Tabela 13 – Tipos de ensaios

Tipo de Ensaio	Execução
Resistência a compressão RCTA	Máquina de Ensaio de Resistência
Análise do Módulo de Elasticidade	Aparato Sonelástico Modelo SA-BC
Porosimetria	Tipo Bulk (Método de Arquimedes)
Densimetria	Densidade aparente e Densidade geométrica
TG/DTA	Máquina STA 409
DRX	Método do pó
MEV-EDS	Microanálise por ETD/VCD

Fonte: Dados do autor, (2018).

Foram feitos os ensaios de resistência a compressão nas amostras cilíndricas de geopolímero – GSS depois da cura (TA) e depois do tratamento térmico (TT), a Figura 17 a seguir mostra o tratamento térmico realizado no forno.

Figura 17 – Tratamento térmico das amostras de geopolímero – GSS



(a) Antes do tratamento térmico

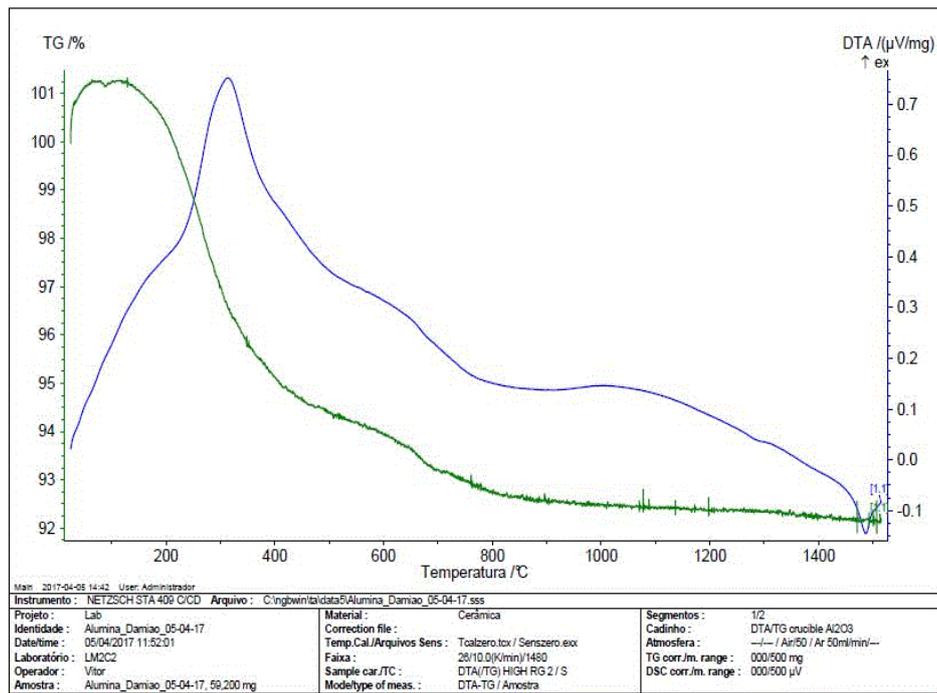


(b) Depois do tratamento térmico

Fonte: Fotos do autor, (2018)

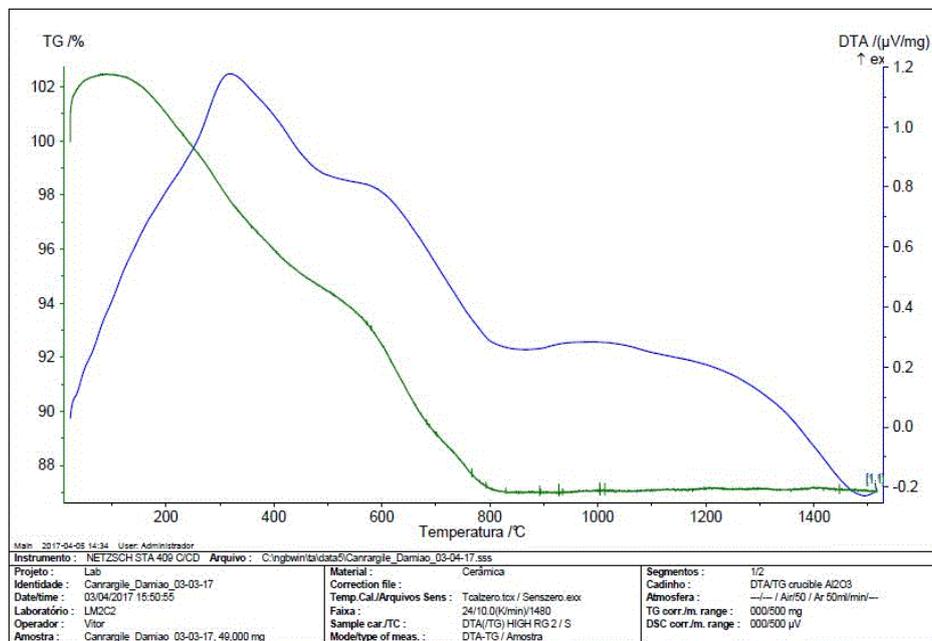
A queima das amostras C1, C2, C3 e C4 e C1', C1E, C2' e C2E, foram feitas no forno Jung, modelo LF4213, seguindo as respectivas temperaturas de queima mostradas na Tabela 12, a queima foi feita a uma taxa de 3,3°C/min por 6 horas com um patamar de 1 hora. Valores de temperatura foram alcançados pela interpretação do diagrama ternário em massa do sistema $Al_2O_3-Na_2O-SiO_2$ e através de ensaios de TG/DTA como mostra as Figuras 18(a), 18(b), 18(c), 18(d) e 19(a) e 19(b) a seguir.

Figura 18(a) – Ensaio de TG/DTA, amostra C1.



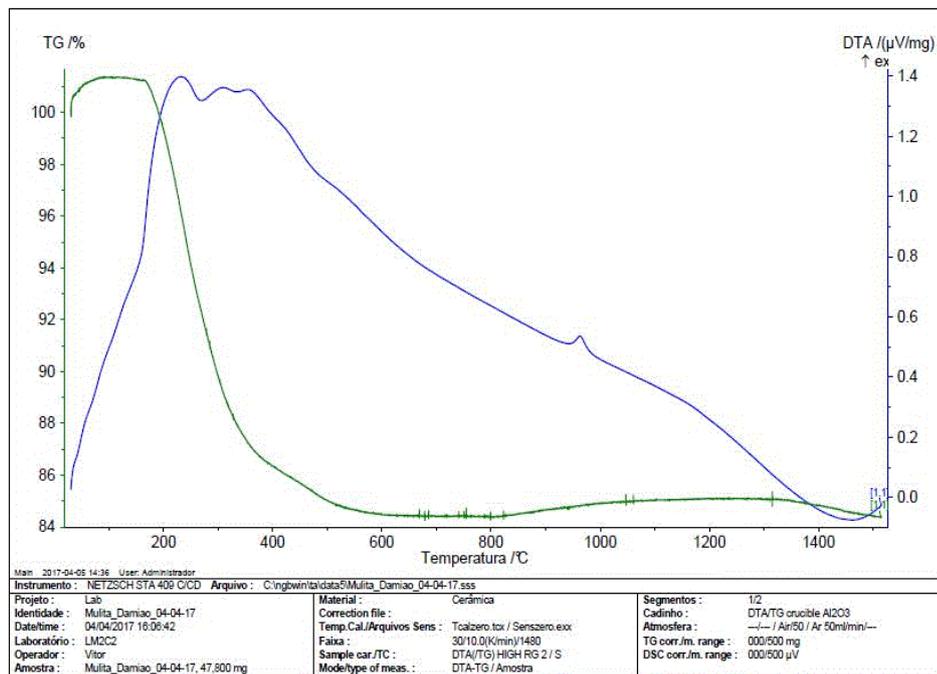
Fonte: Dados do autor, (2018)

Figura 18(b) – Ensaio de TG/DTA, amostra C2.



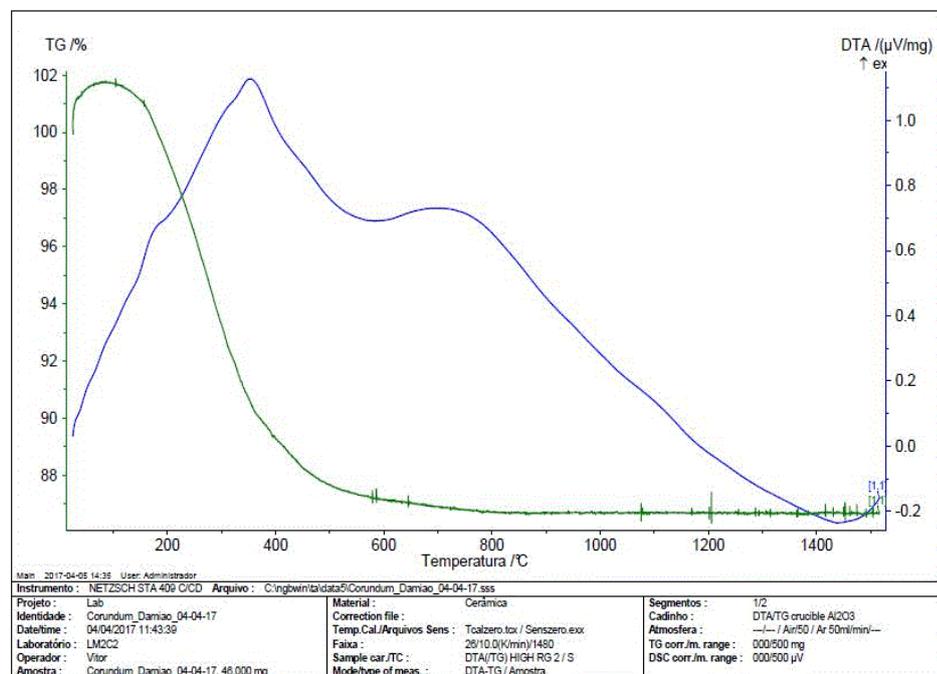
Fonte: Dados do autor, (2018)

Figura 18(c) – Ensaio de TG/DTA, amostra C3.



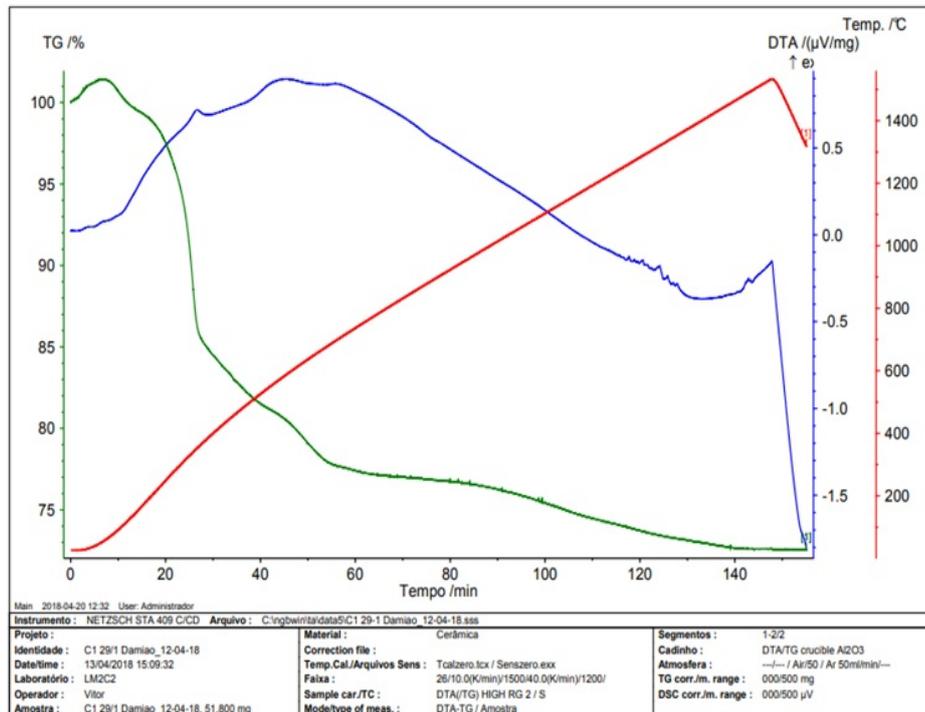
Fonte: Dados do autor, (2018)

Figura 18(d) – Ensaio de TG/DTA, amostra C4.



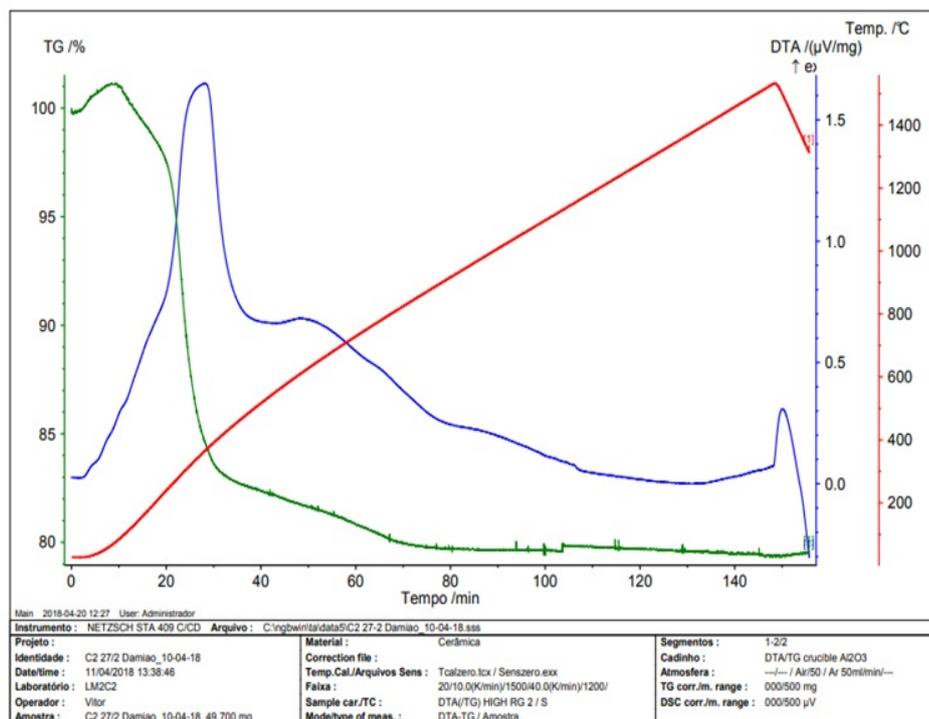
Fonte: Dados do autor, (2018)

Figura 19(a) – Ensaio de TG/DTA, amostra C1'.



Fonte: Dados do autor, (2018)

Figura 19(b) – Ensaio de TG/DTA, amostra C2'.



Fonte: Dados do autor, (2018)

Tabela 14- Temperaturas de queima de C1, C2, C3, C4 e C1', C1E, C2', C2E

Composição	Temperaturas
C1	1200°C
C2	770°C
C3	1200°C
C4	1125°C
C1', C1E, C2', C2E	850°C

Fonte: Dados do autor, (2018).

Os ensaios de TG/DTA, para obtenção dos valores de temperatura de queima das amostras C1, C2, C3 e C4 e C1' e C2', (não foi realizado o ensaio com as amostras C1E e C2E devido que a diferença de temperatura era muito pequena, após verificação de outras amostras com escória.), foram feitos no equipamento Nietzsche, Thermische Analyse, STA 409 com controlador TASC 414/3.

Com o uso da máquina de ensaio a compressão KRATOS modelo Universal, usado para isso uma célula de carga de 5000 kgf, com uma velocidade de deslocamento de 5 mm/min, sendo que para amostras cilíndricas o ensaio foi do tipo axial. As amostras cilíndricas sofreram ensaio a compressão após a cura e após a queima. A Figura 20 mostra a execução do ensaio de resistência mecânica a compressão em temperatura ambiente.

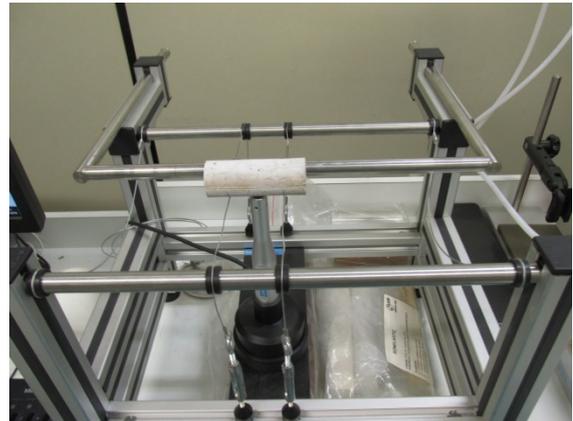
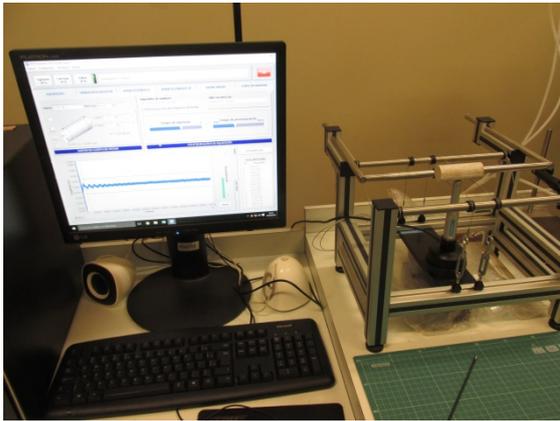
Figura 20 – Ensaio de resistência mecânica a compressão em T.A



Fonte: Fotos do autor, (2018)

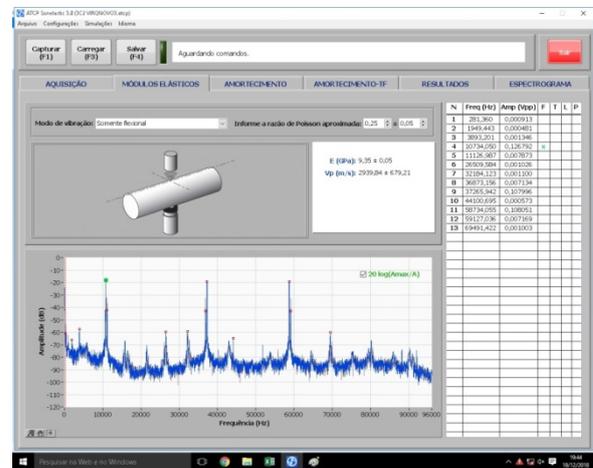
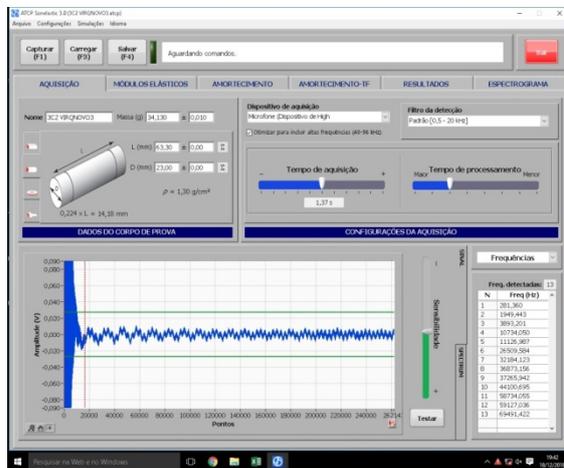
O módulo de elasticidade foi feito com o uso do equipamento Sonelastic modelo SA-BC sistema computacional Windows XP, Software Sonelastic 3.0, o equipamento é representado na Figura 21 e 22 abaixo.

Figura 21 – Ensaio do módulo de elasticidade.



Fonte: Fotos do autor (2018).

Figura 22 – Interface do ensaio de módulo de elasticidade.



Fonte: Fotos do autor (2018).

O princípio desta técnica é a excitação por impulso do corpo de prova, é uma técnica não destrutiva para determinação de módulos elásticos, módulo de cisalhamento, coeficiente de Poisson e amortecimento através das frequências naturais de vibração do corpo [32].

O módulo de elasticidade e amortecimento é calculado por meio do som emitido pelo corpo de prova ao sofrer um impacto mecânico. O som é uma resposta acústica que

é composta por frequências natural de vibração do corpo e isto é proporcional ao módulo de elasticidade associado a direção da vibração [32]. Conhecendo as dimensões, massa do corpo de prova e a frequência de vibração natural do material o cálculo do módulo de elasticidade é imediato. O ensaio foi realizado no “Modo Flexional” para obtenção do módulo de elasticidade.

A porosidade calculada usando a formula,

$$PA = (Pu - Pa) / (Pu - Pl) * 100$$

Onde;

PA, Porosidade aparente.

Pu, Peso úmido da amostra.

Pa, Peso seco da amostra.

P, Peso da amostra imersa no líquido.

Conforme descrita na norma ABNT NBR 16661:2017.

A densidade geométrica das amostras de geopolímero – GSS foi calculada através de cálculo densidade geométrica igual à massa em gramas dividido pelo volume medido. Esse cálculo foi feito com as amostras depois da cura em temperatura ambiente (TA) e depois do tratamento térmico (TT).

Os ensaios de DRX para verificação das fases formadas a partir das amostras C1, C2, C3, C4 foram feitos no equipamento Bruker, modelo D8 Advance, usado tubo de cobre para emissão de raios X, potência de 40 KV e corrente de 40 A.

As imagens de microscopia eletrônica foram realizadas no equipamento FEI, modelo Inspect-F50 com o uso do detector (ETD/VCD).

Capítulo 4 - Resultados e Discussão

4.1- Relações molares de C1, C2, C3 e C4.

As composições C1, C2, C3 e C4 correspondem respectivamente a formação do geopolímero – GSS, nas regiões β -alumina, carnegieita, mulita e corundum (coríndon) no diagrama de fase ternário massa do sistema Al_2O_3 - Na_2O - SiO_2 . As razões molares obtidas e verificadas na literatura resultados de Davidovits e de outros pesquisadores estão representadas na Tabela 15.

Tabela 15 – Relações molares obtidas e comparadas de C1, C2, C3 e C4..

Composição / Relação molar	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$
C1	0,59	1,68	0,62	1,05	6,60
C2	0,76	1,31	1,65	2,17	5,29
C3	0,07	13,57	0,23	3,06	35,09
C4	0,22	4,61	0,38	2,63	16,93
Literatura relação molar Davidovits	0,20 – 0,48	1,85	0,80 – 1,60	3,30 – 4,50	10,0 – 25,0
Literatura relação molar outros autores	0,20 – 0,48	1,22 – 2,71	0,62 – 1,60	2,84 – 5,50	7,0 – 25,0

Fonte: dados do autor, (2018).

As concentrações de NaOH que foram usadas nas composições C1, C2, C3 e C4 estão representadas na Tabela 16.

Tabela 16- Concentrações molares de NaOH etapa 1.

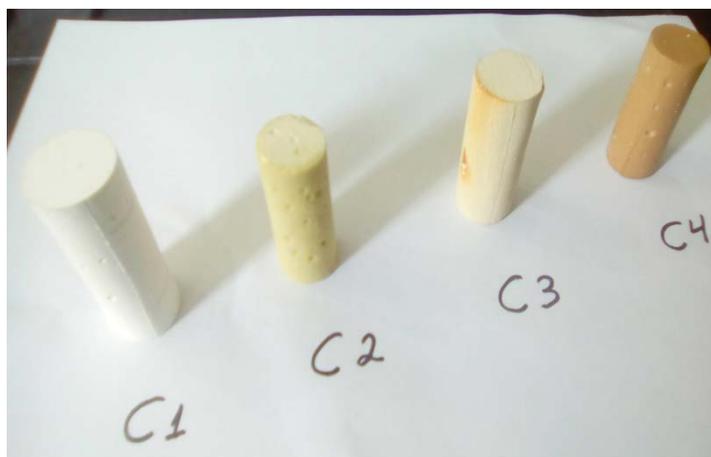
Composição	Concentração de NaOH
C1	8,0 – 17,0 mols / litro
C2	11,0 – 22,0 mols / litro
C3	Não usado NaOH na solução
C4	3,0 – 7,0 mols / litro

Fonte: Dados do autor, (2018).

4.2 – Caracterizações de C1, C2, C3 e C4.

As amostras C1, C2, C3 e C4 cilíndricas, após a queima apresentaram-se conforme a Figura 23.

Figura 23 - Corpos de prova C1, C2, C3 e C4 após queima



Fonte: Foto do autor, (2018).

A Tabela 17 mostra a resistência mecânica e a retração volumétrica das amostras C1, C2, C3 e C4, após secagem e queima. As queimas foram a 1200°C, 770°C, 1200°C e 1125°C, respectivamente.

Tabela 17 – Resistência à compressão e retração volumétrica de C1, C2, C3 e C4.

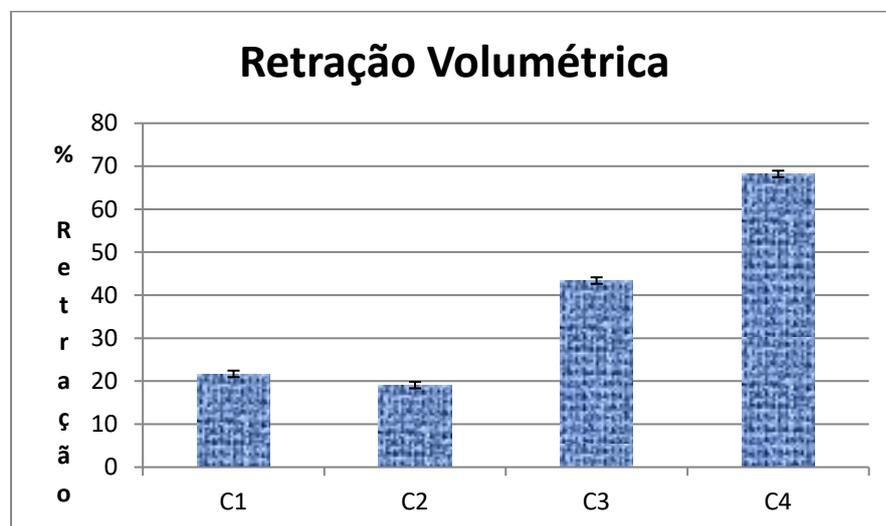
Composições obtidas	% Serragem e sisal	Resistência		Retração volumétrica %
		TA (MPa)	TT (MPa)	
C1	9,00	3,72 ± 0,070	9,08 ± 0,180	21,70 ± 0,43
	9,95	3,22 ± 0,060	7,98 ± 0,160	
	11,09	8,39 ± 0,170	3,40 ± 0,070	
C2	9,00	1,67 ± 0,030	4,65 ± 0,090	19,10 ± 0,38
	9,84	1,54 ± 0,030	6,68 ± 0,130	
	11,04	3,87 ± 0,080	4,91 ± 0,090	
C3	8,23	0,41 ± 0,008	5,40 ± 0,110	43,40 ± 0,87
	10,13	0,15 ± 0,003	4,00 ± 0,080	
	11,03	0,22 ± 0,004	3,91 ± 0,080	
C4	8,19	0,07 ± 0,001	5,68 ± 0,110	68,20 ± 1,36
	9,94	0,14 ± 0,003	16,83 ± 0,340	
	11,03	0,21 ± 0,004	13,55 ± 0,270	

Fonte: Dados do autor, (2018).

Pode se notar que em grande parte das amostras houve um aumento da resistência a compressão após o tratamento térmico (TT). A retração volumétrica foi maior na amostra C4, deduzindo se que a composição interfere na retração, pois os percentuais de serragem e sisal (*algave sisalana*) muito próximos aos outros percentuais. Os valores de retração são valores médios para cada composição devido que os valores de serragem e sisal adicionados foram muito próximos.

As retrações das amostras cilíndricas C1, C2, C3 e C4 são mostradas na Figura 24.

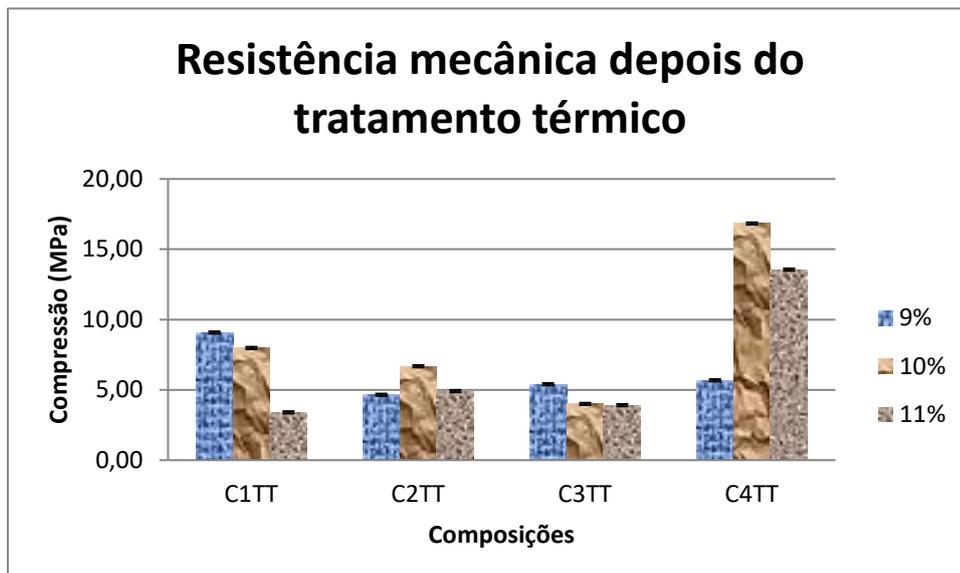
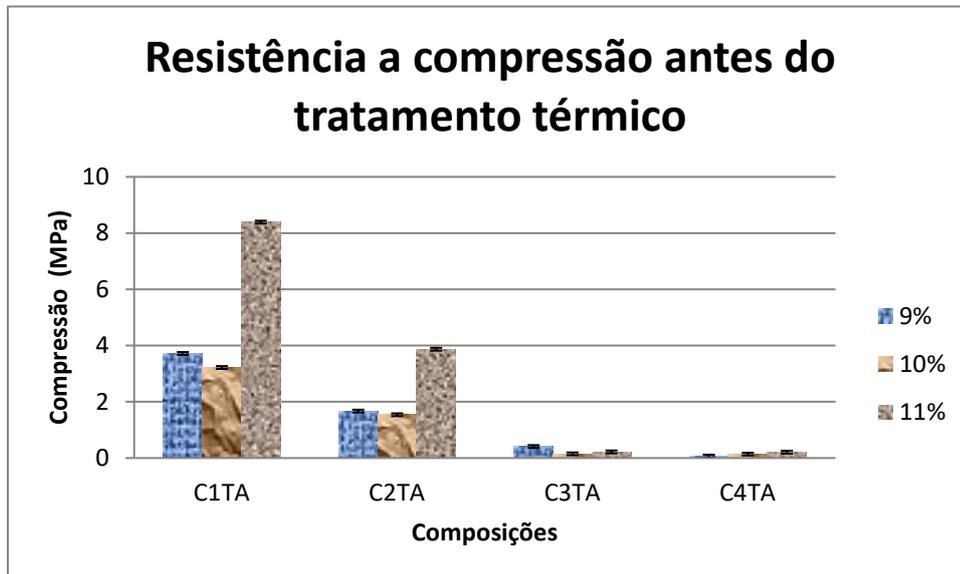
Figura 24- Gráfico da retração volumétrica verificada.



Fonte: Imagem do autor, (2018).

A Figura 25, mostra de forma comparativa os valores de resistência a compressão das amostras de C1, C2, C3 e C4, antes e depois da queima.

Figura 25 – Resistência a Compressão de C1, C2, C3 e C4 antes e depois do tratamento térmico com 9, 10 e 11% de serragem e sisal.



Fonte: Imagem do autor, (2018).

As amostras C1 tiveram maiores resistências devido a características físicas do material em cura verde apresentou se muito resistente. As outras composições apresentaram – se mais frágeis principalmente C3 e C4. O desempenho da resistência mecânica foi aleatório nas amostras, não evidenciado uma relação direta com o aumento da serragem.

Após o tratamento térmico o valor da resistência mecânica aumentou nas quatro composições, dado a entender que ocorre uma sinterização devida os poros do material e do acréscimo da serragem e sisal (*algave sisalana*). Mas é possível inferir que em C1 e C3 houve relação da resistência mecânica com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*). Já C2 e C4 tiveram comportamento similar e oposto. Isso por causa da retração volumétrica que ocorreu de forma maior do que nas outras duas amostras. No entanto devido a fissuras verificadas anteriormente a resistência mecânica de C2 11% e C4 11% sofreram interferência no ensaio.

As amostras cilíndricas C1, C2, C3 e C4 foram submetidas a caracterização de módulo de elasticidade, e densidade geométrica antes e após queima a 1200°C, 770°C, 1200°C e 1125°C respectivamente, conforme na Tabela 18.

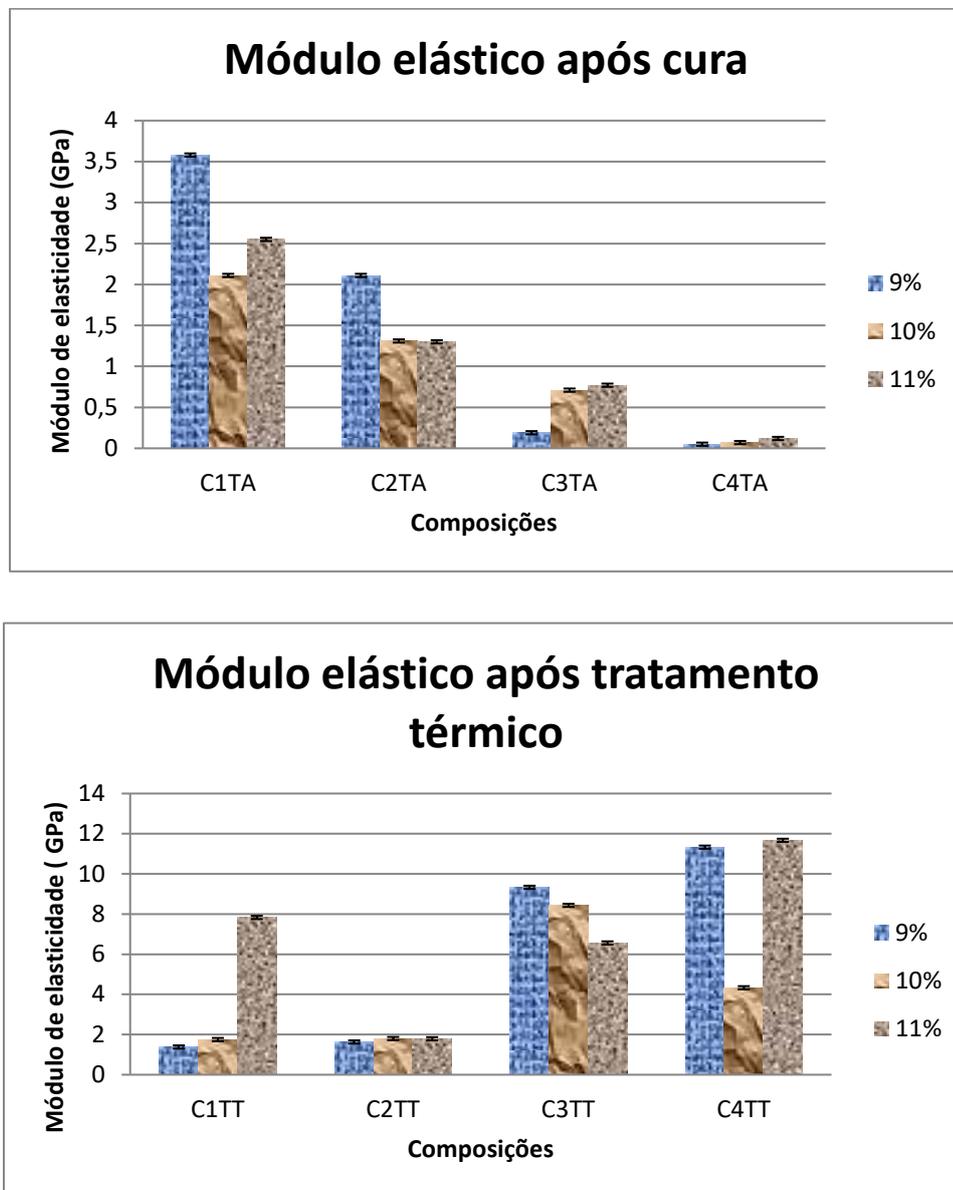
Tabela 18 – Módulo de elasticidade e densidade após cura e tratamento térmico, amostras C1, C2, C3 e C4

Composições	% Serragem e sisal	Após cura (TA)		Após tratamento térmico (TT)	
		ME (GPa)	δ g/ml	ME (GPa)	δ g/ml
C1	9,00	3,58 ± 0,070	1,12 ± 0,022	1,38 ± 0,027	1,15 ± 0,023
	9,95	2,11 ± 0,040	1,08 ± 0,022	1,75 ± 0,035	1,09 ± 0,022
	11,09	2,55 ± 0,050	1,15 ± 0,023	7,83 ± 0,156	1,16 ± 0,023
C2	9,00	2,11 ± 0,040	1,13 ± 0,023	1,63 ± 0,032	1,20 ± 0,024
	9,84	1,31 ± 0,020	1,16 ± 0,023	1,80 ± 0,036	1,12 ± 0,022
	11,04	1,30 ± 0,020	1,12 ± 0,022	1,79 ± 0,035	1,15 ± 0,023
C3	8,23	0,19 ± 0,004	0,96 ± 0,019	9,33 ± 0,186	1,34 ± 0,026
	10,13	0,71 ± 0,010	0,87 ± 0,017	8,48 ± 0,169	1,36 ± 0,027
	11,03	0,77 ± 0,010	0,94 ± 0,018	6,56 ± 0,131	1,48 ± 0,029
C4	8,19	0,05 ± 0,001	0,89 ± 0,018	11,33 ± 0,226	2,47 ± 0,049
	9,94	0,07 ± 0,001	0,92 ± 0,018	4,33 ± 0,087	2,37 ± 0,047
	11,03	0,12 ± 0,002	0,99 ± 0,020	11,67 ± 0,233	2,28 ± 0,045

Fonte: Dados do autor, (2018).

Na Figura 26, temos o comparativo do módulo de elasticidade após secagem e após queima das amostras C1, C2, C3 e C4.

Figura 26 – Gráfico da variação do módulo de elasticidade (Antes e após a queima).



Fonte: Imagem do autor, (2018).

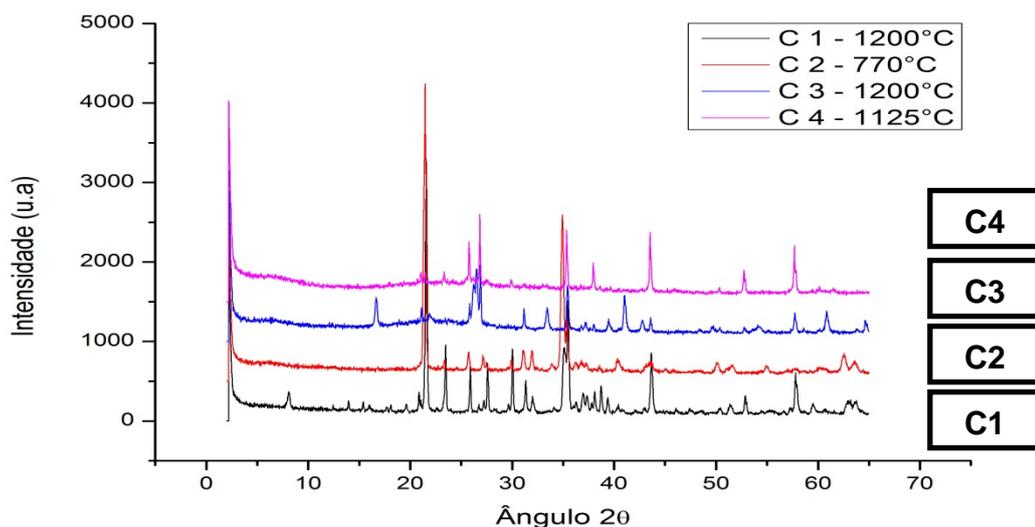
Verificado que as amostras C1TA, C1TT, C2TA e C2TT com adição de 9%, de serragem e sisal (*algave sisalana*), houve a diminuição do módulo elástico após a queima. Indicando que ficaram menos rígidas. C1TA, C1TT com adição de 10% de serragem e sisal (*algave sisalana*), se comportou de forma idêntica as amostras com 9% de adição de serragem e sisal (*algave sisalana*). Já C2TA e C2TT houve um aumento do módulo de elasticidade, podendo ser característica da cerâmica formada. Com 11% de adição de serragem e sisal (*algave sisalana*), houve um aumento do

módulo de elasticidade, indicando que essas amostras ficaram mais rígidas devido a retração volumétrica maior.

As amostras C3TA, C3TT, C4TA e C4TT tiveram um aumento do módulo de elasticidade demonstrando-se mais rígidas, seus valores de retração volumétrica foram maiores também.

Após os ensaios as amostras foram maceradas para a realização do ensaio de caracterização de difração de raios X e foi possível constatar que as amostras obtidas após a queima nas respectivas temperaturas estão dentro da fase esperada conforme representando no diagrama de fase ternário do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$, da Figura 8 descrita anteriormente. Houve o aparecimento de componentes esperados que caracterizam as fases carnegieita, mulita, corundum (coríndon). A fase β -alumina não ficou muito evidente, mas possivelmente ela se formou e depois voltou a sua forma mais estável a α -alumina, pois pelo DRX e a interpretação do diagrama de fases é possível concluir essa hipótese. O resultado da caracterização de difração de raios X está representado na Figura 27. A seguir a Tabela 19 nos mostra as características dos ensaios.

Figura 27 – Espectros de difrações de raios X, $\text{K}\alpha$ Cu (Método do pó).



Fonte: Dados do autor,(2018).

Tabela 19 – Leituras dos espectros de difração de raios X de C1, C2, C3, C4.

Composição	Fases Principais	Fases Secundárias	Possível Presença
C1	Alumino-silicato de sódio ($\text{Na}_{1,15} \text{Al}_{1,15} \text{Si}_{0,85} \text{O}_4$)	Nefelina Coríndon	Zeólitas
C2	Alumino-silicato de sódio ($\text{Na}_{1,55} \text{Al}_{1,55} \text{Si}_{0,45} \text{O}_4$)	Carnegieita (NaAlSiO_4)	
C3	Mulita Quartzo	Coríndon	Silicato de sódio hidratado
C4	Coríndon Quartzo	Nefelina	

Fonte: Dados do autor, (2018).

4.3 – Caracterizações das amostras C1', C1E, C2' e C2E.

As composições C1E, C1', correspondem à formação de geopolímero na região β -alumina com e sem adição de escória, C2E e C2' corresponde à formação de geopolímero na região carnegieita com e sem adição de escória de escória.

As razões molares obtidas e verificadas em literatura estão representadas na Tabela 20.

Tabela 20 – Relações molares obtidas e comparadas de C1', C1E, C2' e C2E.

Composição / Relação molar	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$
C1'	0,64	1,55	0,84	1,31	7,08
C1E	0,70	2,08	0,70	1,46	9,41
C2'	0,40	2,47	1,25	3,09	8,43
C2E	0,44	2,27	1,43	3,24	8,09
Literatura relação molar Davidovits	0,20 – 0,48	1,85	0,80 – 1,60	3,30 – 4,50	10,0 – 25,0
Literatura relação molar outros Autores	0,20 – 0,48	1,22 – 2,71	0,62 – 1,60	2,84 – 5,50	7,0 – 25,0

Fonte: Dados do autor, (2018).

As concentrações de NaOH que foram usadas nas composições C1', C1E, C2' e C2E estão representadas na Tabela 21.

Tabela 21 – Concentrações molares de NaOH da etapa 2.

Composição	Concentração de NaOH
C1'	4,4 – 14,6 mols / litro
C1E	7,4 – 11,3 mols / litro
C2'	6,6 – 10,4 mols / litro
C2E	8,0 – 12,0 mols / litro

Fonte: Dados do autor, (2018).

As amostras C1', C1E, C2' e C2E, após a queima apresentaram-se conforme a Figura 28.

Figura 28 – Corpos de prova C1', C1E, C2' e C2E após o tratamento térmico.



Fonte: Foto do autor, (2018).

A Tabela 22 identifica a resistência mecânica a compressão e retração volumétrica após a queima a 850 °C das amostras C1', C1E, C2' e C2E, após secagem e queima.

Tabela 22 – Resistência à compressão e retração volumétrica de C1, C1E, C2' e C2E

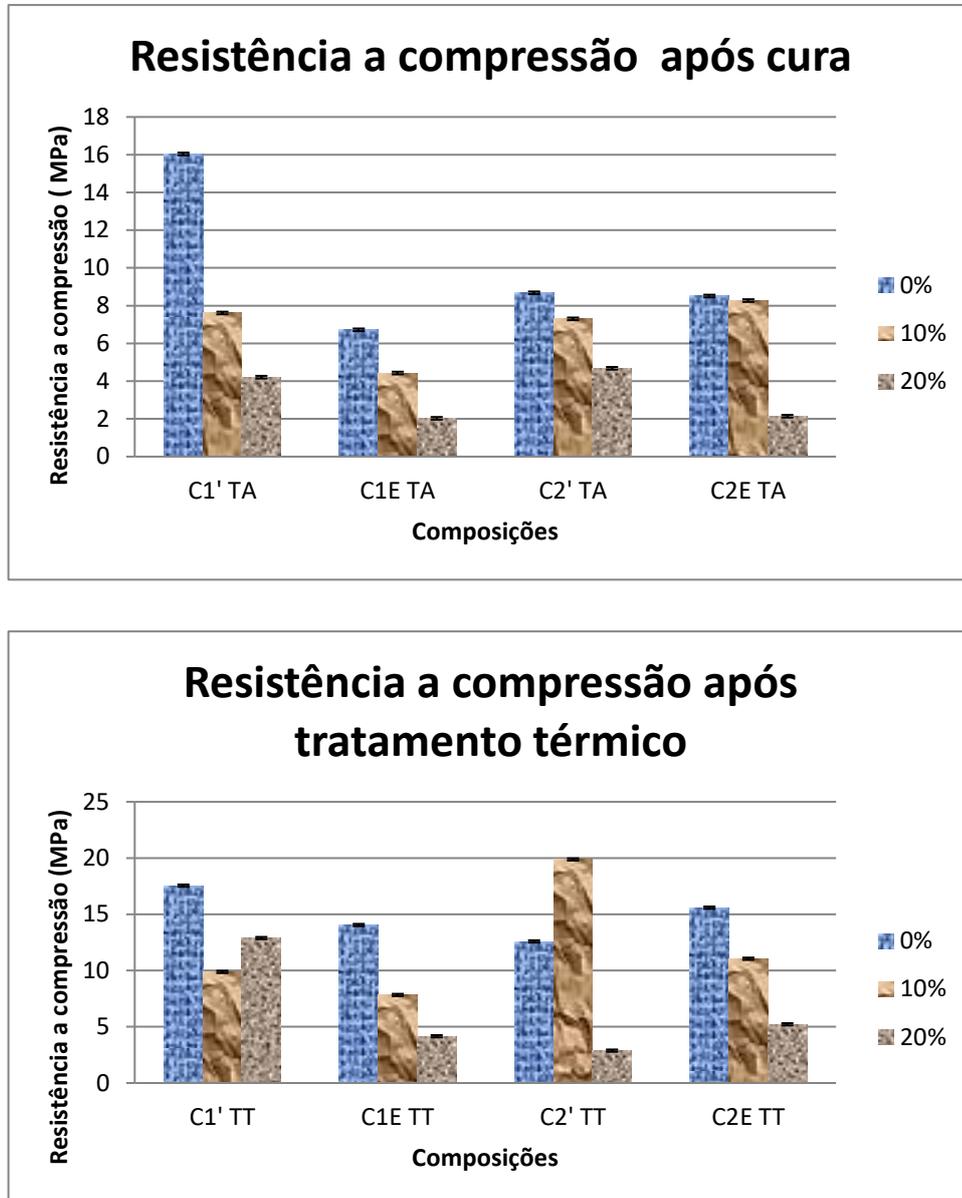
Composições Obtidas	% Serragem e sisal	Resistência		Retração volumétrica %
		Após cura (TA) (MPa)	Após tratamento térmico (TT) (MPa)	
C1'	0,0	16,04 ± 0,32	17,55 ± 0,35	2,90 ± 0,06
	10,0	7,61 ± 0,14	9,88 ± 0,19	6,93 ± 0,13
	20,0	4,21 ± 0,08	12,89 ± 0,26	18,89 ± 0,38
C1E	0,0	6,72 ± 0,13	14,05 ± 0,28	8,54 ± 0,17
	10,0	4,43 ± 0,09	7,83 ± 0,16	16,02 ± 0,32
	20,0	2,03 ± 0,04	4,16 ± 0,08	4,99 ± 0,09
C2'	0,0	8,68 ± 0,17	12,59 ± 0,25	21,49 ± 0,43
	10,0	7,30 ± 0,15	19,88 ± 0,40	24,96 ± 0,50
	20,0	4,68 ± 0,09	2,88 ± 0,06	29,06 ± 0,58
C2E	0,0	8,51 ± 0,17	15,59 ± 0,31	18,63 ± 0,37
	10,0	8,27 ± 0,17	11,05 ± 0,22	14,81 ± 0,30
	20,0	2,14 ± 0,04	5,22 ± 0,10	16,68 ± 0,33

Fonte: Dados do autor, (2018).

A retração das amostras foi calculada através do volume geométrico antes da queima e após a queima, com a subtração dos dois valores e relacionando se 100 % o volume da amostra antes de queimar, foi possível obter o percentual de retração.

Resultados quanto à resistência a compressão destas amostras, é demonstrada na Figura 29.

Figura 29 – Resistência à compressão C1', C1E, C2' e C2E após a cura e tratamento térmico.



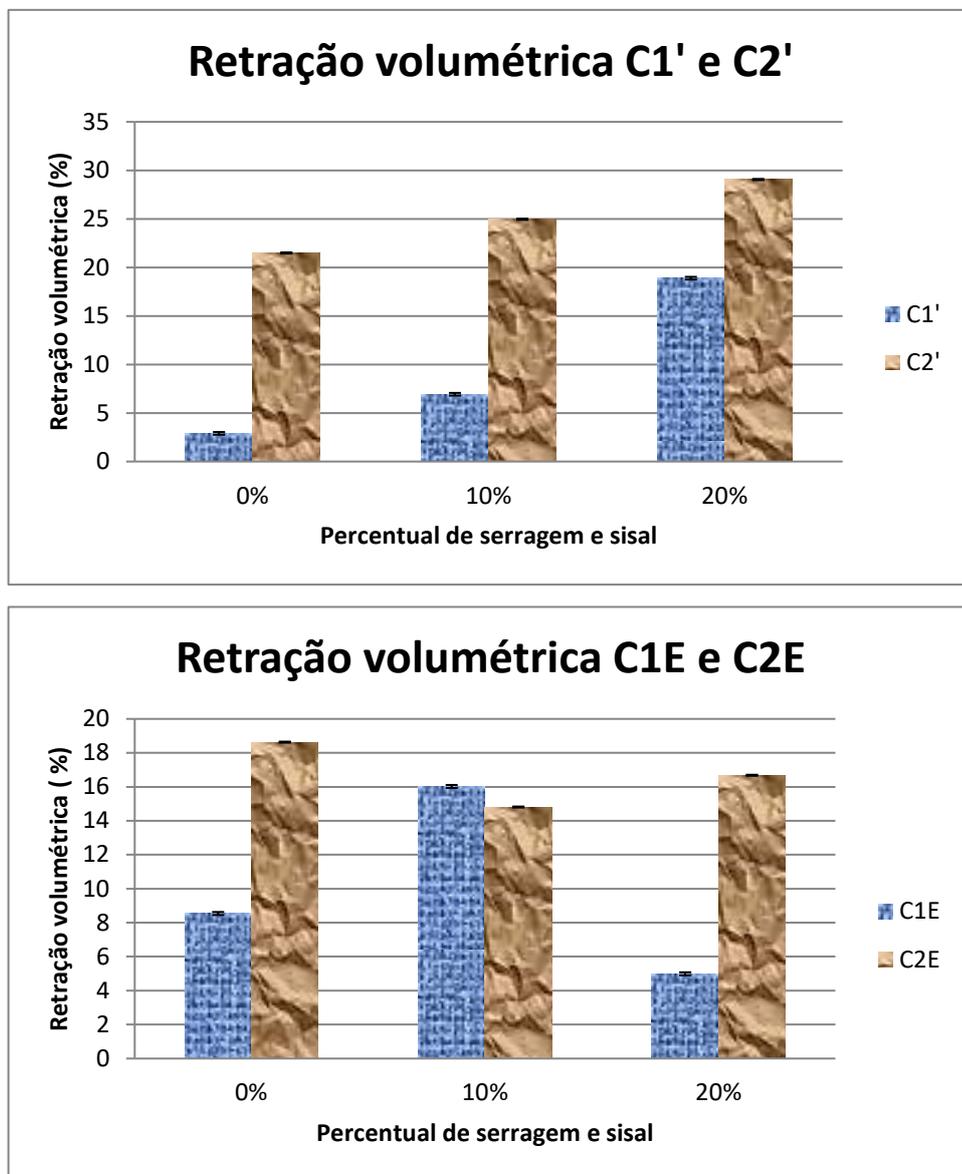
Fonte: Imagem do autor, (2018).

As amostras C1' e C2', C1E e C2E após a cura apresentam comportamento adequado quanto à resistência mecânica, pois conforme há o aumento de serragem e sisal (*algave sisalana*), a resistência mecânica diminui. Após o tratamento térmico amostras C1E e C2E demonstraram comportamento adequado, pois com aumento de serragem e sisal (*algave sisalana*), houve a diminuição da resistência mecânica. Já as amostras C1' e C2' após o tratamento térmico tiveram um comportamento anormal, pois a

resistência mecânica aumentou nas amostras com adição de 10% e 20%. O fator de densificação pode ser considerado nestas amostras devido que houve uma determinada retração volumétrica.

Na Figura 30, é possível visualizar a retração das amostras cilíndricas C1', C1E, C21 e C2E, de forma fácil e rápida.

Figura 30 – Retração volumétrica de C1', C2', C1E e C2E após a queima.



Fonte: Imagem do autor, (2018)

Nas amostras C1' e C2' é possível verificar que a retração volumétrica é diretamente proporcional ao acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*), já as amostras C1E e C2E não manteve uma coerência, podendo especular que a composição que possui escória de alto forno interfere na propriedade física.

As amostras cilíndricas C1', C1E C2' e C2E foram submetidas à caracterização de módulo de elasticidade, e densidade por picnometria líquida, após a secagem e queima a 850°C e estão descrito na Tabela 23.

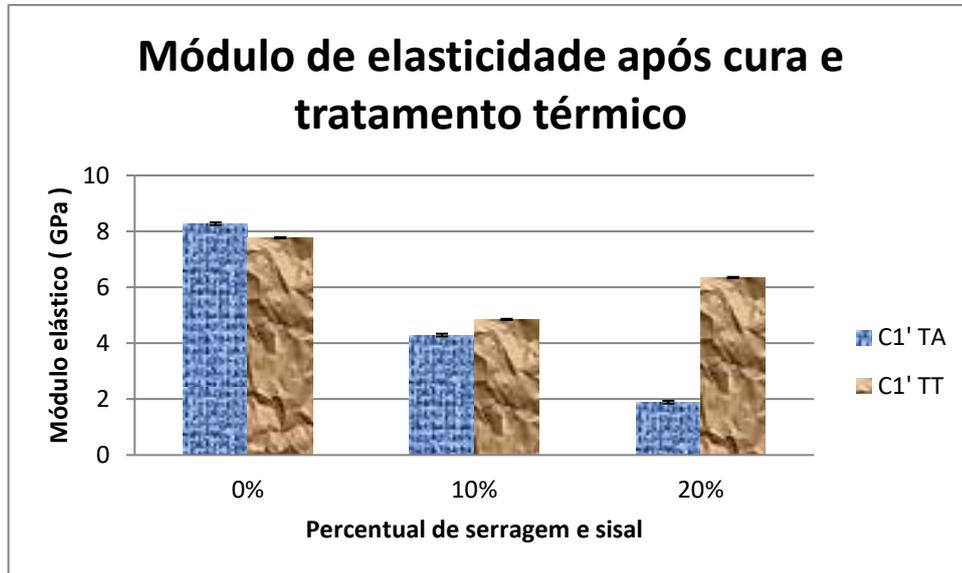
Tabela 23 – Módulo de elasticidade e densidade após cura e tratamento térmico das amostras C1', C1E, C2' e C2E.

Composições Obtidas	% Agregado	Após cura		Após tratamento térmico	
		ME (GPa)	$\bar{\delta}$ g/ml	ME (GPa)	$\bar{\delta}$ g/ml
C1'	0,0	8,27 ± 0,17	1,90 ± 0,04	7,77 ± 0,16	2,13 ± 0,04
	10,0	4,29 ± 0,09	1,78 ± 0,04	4,85 ± 0,10	2,15 ± 0,04
	20,0	1,89 ± 0,04	1,64 ± 0,03	6,35 ± 0,13	2,19 ± 0,04
C1E	0,0	3,62 ± 0,07	1,71 ± 0,03	6,64 ± 0,13	1,68 ± 0,03
	10,0	2,42 ± 0,05	1,57 ± 0,03	3,94 ± 0,08	1,60 ± 0,03
	20,0	1,41 ± 0,03	1,45 ± 0,03	1,75 ± 0,04	1,68 ± 0,03
C2'	0,0	4,78 ± 0,10	1,64 ± 0,03	9,37 ± 0,19	1,79 ± 0,04
	10,0	3,41 ± 0,07	1,49 ± 0,03	8,73 ± 0,17	1,79 ± 0,04
	20,0	1,51 ± 0,03	1,39 ± 0,03	2,94 ± 0,06	1,84 ± 0,04
C2E	0,0	5,25 ± 0,11	1,70 ± 0,03	9,35 ± 0,19	1,81 ± 0,04
	10,0	3,64 ± 0,07	1,63 ± 0,03	6,06 ± 0,12	1,45 ± 0,03
	20,0	1,32 ± 0,03	1,47 ± 0,03	2,22 ± 0,04	1,82 ± 0,04

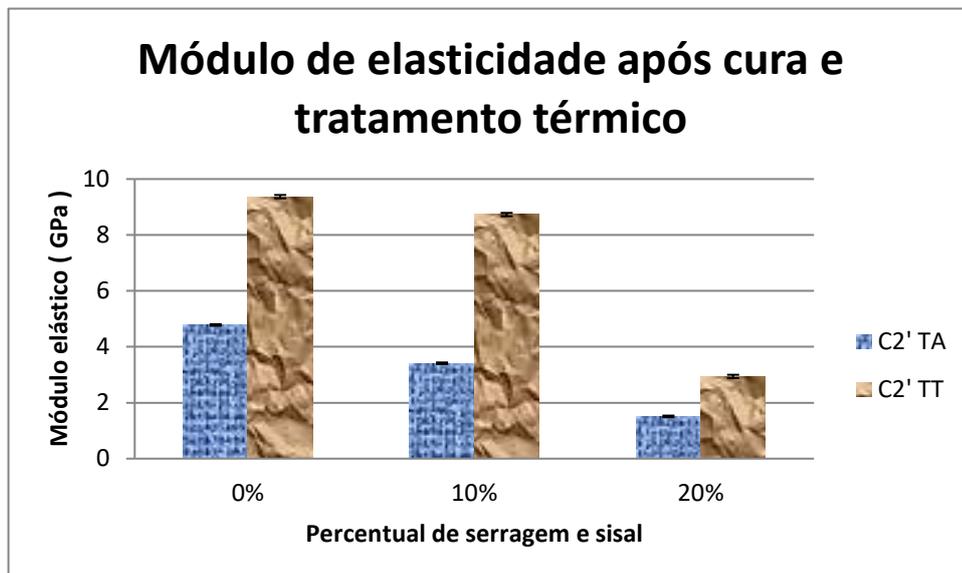
Fonte: Dados do autor, (2018).

Nas Figuras 31 e 32, temos o comparativo do módulo de elasticidade após cura e tratamento térmico das amostras C1', C1E, C2' e C2E.

Figura 31 – Módulo de elasticidade após cura e tratamento térmico de C1'(a) e C2'(b).



(a)



(b)

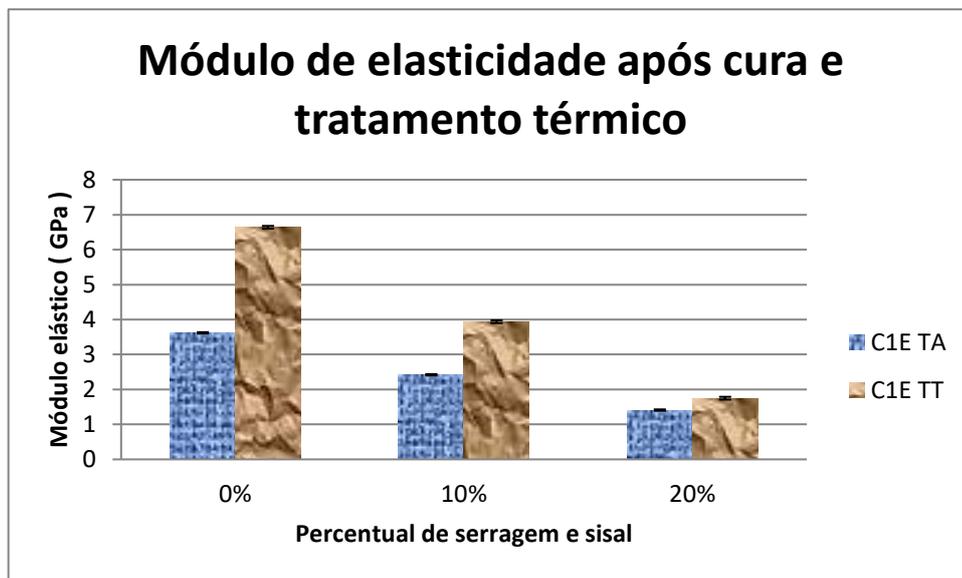
Fonte: Dados do autor, (2018).

É possível verificar que o módulo de elasticidade das amostras C1' decai quando a quantidade de serragem e sisal (*algave sisalana*) é maior. Porém após o tratamento térmico essa característica é coerente com quantidade de adição de 10% de serragem e sisal (*algave sisalana*), com 20% de adição deste materiais o módulo de elasticidade aumentou, podendo ser por causa do fechamento dos poros de forma mais eficiente

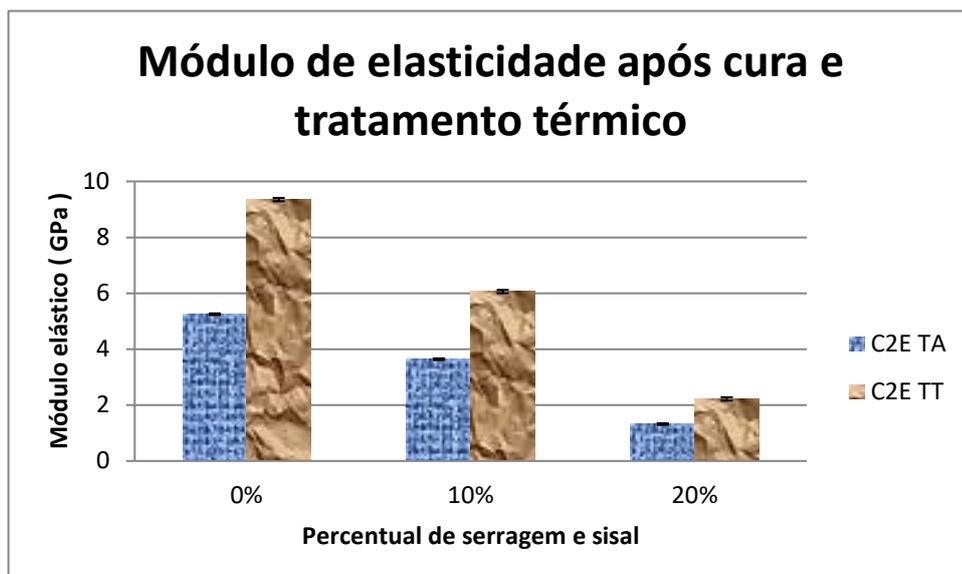
dando a estrutura maior rigidez, como visto na Figura 31, gráfico (a).

Para as amostras C2' o comportamento do módulo elástico é coerente, pois com a adição de serragem e sisal (*algave sisalana*), é verificado que o módulo elástico diminui. Como a composição é diferente, isso evidencia que as características do material são diferentes também, como visto na figura 31, gráfico (b).

Figura 32 – Módulo de elasticidade após cura e tratamento térmico de C1E (a) e C2E (b).



(a)



(b)

Fonte: Dados do autor, (2018).

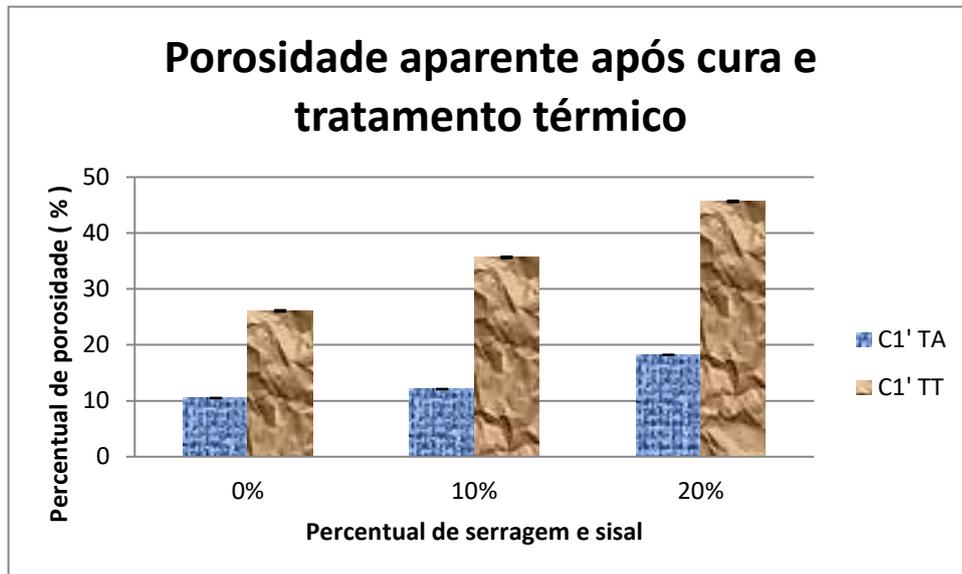
As amostras C1E e C2E após a cura e após o tratamento térmico tiveram comportamento coerente com a adição de serragem e sisal (*algave sisalana*), pois estes materiais adicionados colaboram com que o material final fique menos rígido após a cura e fiquem com mais porosidade após o tratamento térmico. É verificado que o módulo de elasticidade decai com o acréscimo da serragem e sisal (*algave sisalana*), conforme visto nos gráficos (a) e (b) da Figura 32.

Tabela 24 – Porosidade aparente C1', C1E, C2' e C2E.

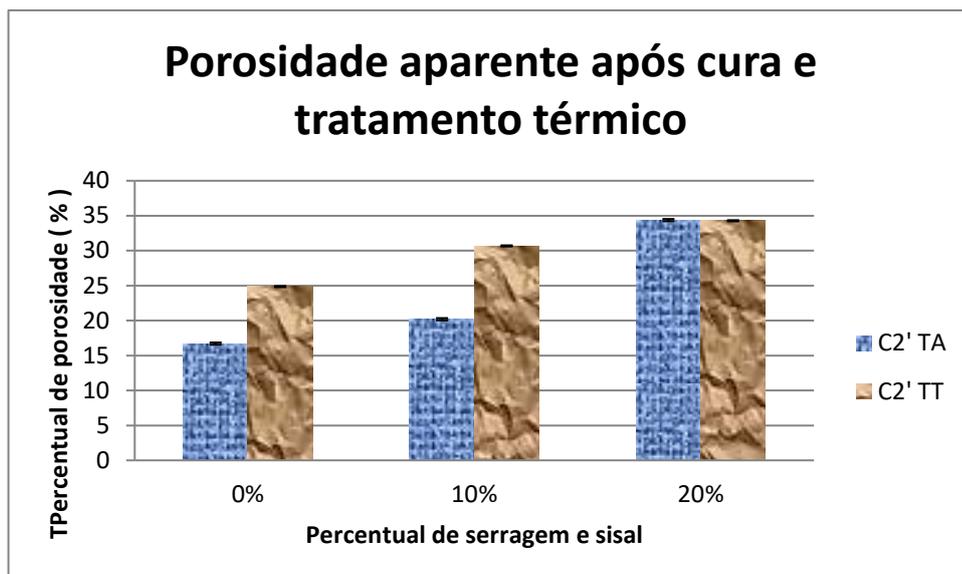
Composições Obtidas	% Agregado	Porosidade aparente	
		Após cura %	Após tratamento térmico %
C1'	0,0	10,49 ± 0,21	26,08 ± 0,52
	10,0	12,09 ± 0,24	35,65 ± 0,71
	20,0	18,21 ± 0,36	45,66 ± 0,91
C1E	0,0	22,07 ± 0,44	34,85 ± 0,70
	10,0	28,04 ± 0,56	38,26 ± 0,77
	20,0	26,40 ± 0,52	47,12 ± 0,94
C2'	0,0	16,70 ± 0,33	24,86 ± 0,50
	10,0	20,19 ± 0,40	30,68 ± 0,61
	20,0	34,37 ± 0,69	34,28 ± 0,69
C2E	0,0	22,24 ± 0,44	29,19 ± 0,58
	10,0	28,24 ± 0,56	36,09 ± 0,72
	20,0	34,45 ± 0,69	45,68 ± 0,91

Fonte: Dados do autor, (2018).

Figura 33 – Porosidade aparente C1' (a) e C2' (b).



(a)

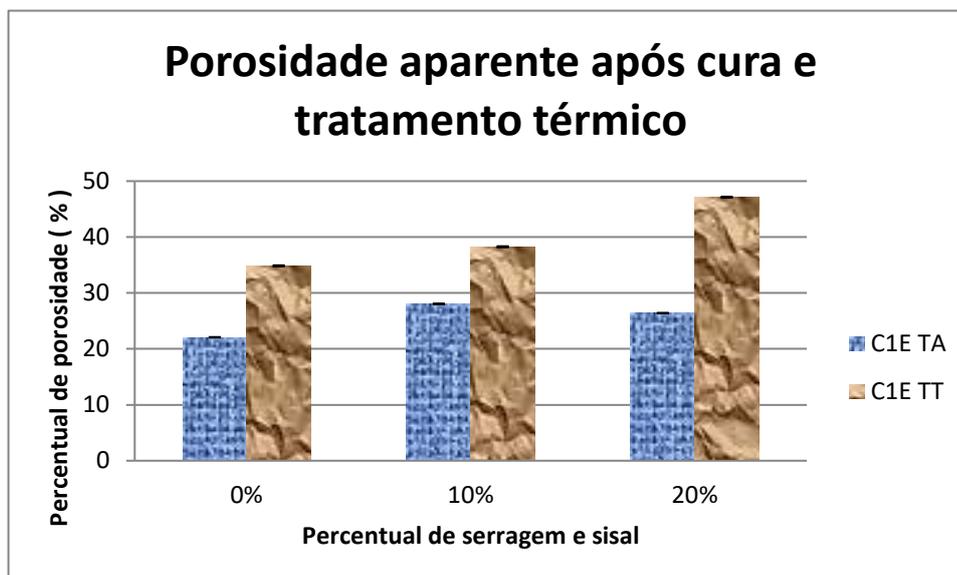


(b)

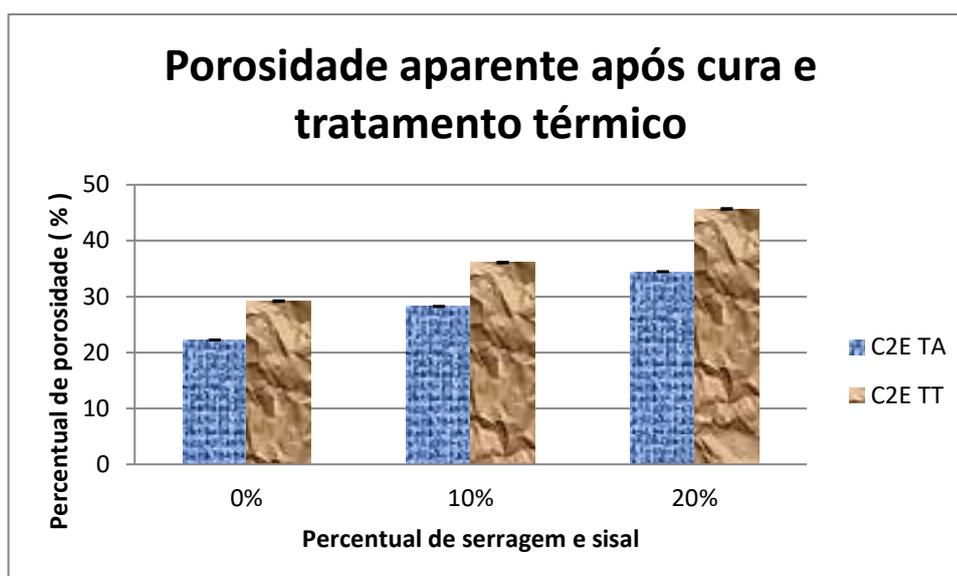
Fonte: Imagem do autor, (2018).

Verificado que a porosidade aumenta com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*) nas amostras C1' e C2' após a cura e o tratamento térmico.

Figura 34 – Porosidade aparente C1E (a) e C2E (b).



(a)



(b)

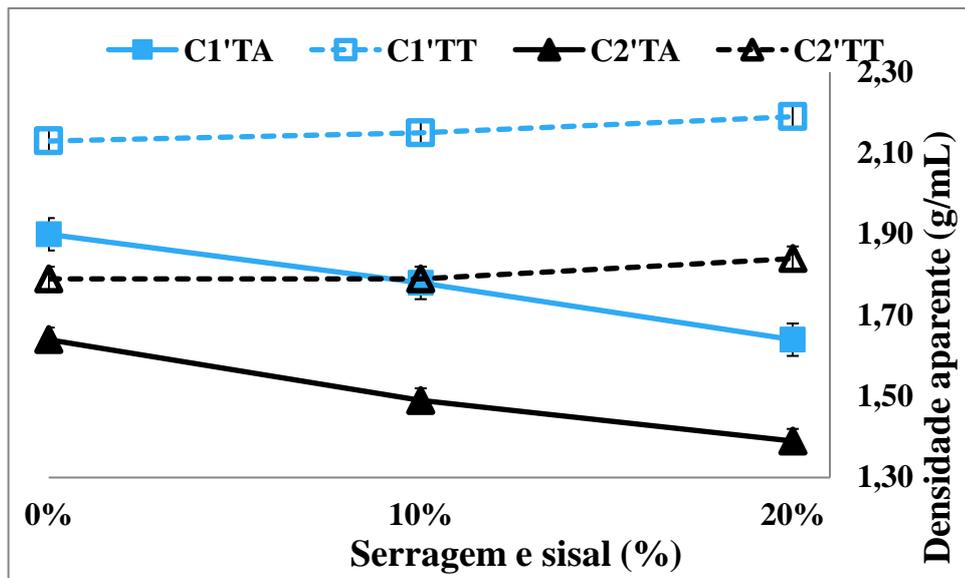
Fonte: Imagem do autor, (2018).

Verificado que a porosidade aumenta com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*) nas amostras C1E até 10 %, depois diminui, assim como ocorreu com o valor de retração nesta mesma amostra. A retração em 20% diminuiu em comparação as outras adições e a porosidade em 20% também diminuiu, evidenciando possivelmente uma densificação com fechamento dos poros, conforme visto no gráfico (a). Já as amostras C2E a porosidade aumentou conforme o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*), as composições C1E e C2E são diferentes

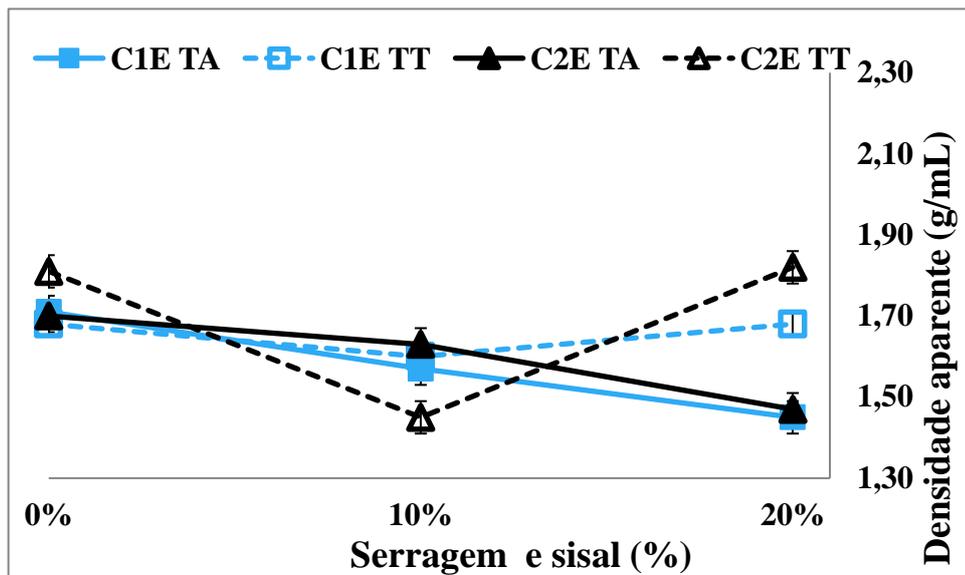
podendo ser uma característica de C2E mais rígido evitando o fechamento dos poros.

A densidade aparente das amostras C1, C1E, C2 e C2E são demonstrados na Figura 35 abaixo, para uma rápida verificação e análise.

Figura 35 – Densidade aparente C1'TA, C1'TT, C2'TA e C2'TT (a), C1E TA, C1E TT, C2E TA e C2E TT (b).



(a)



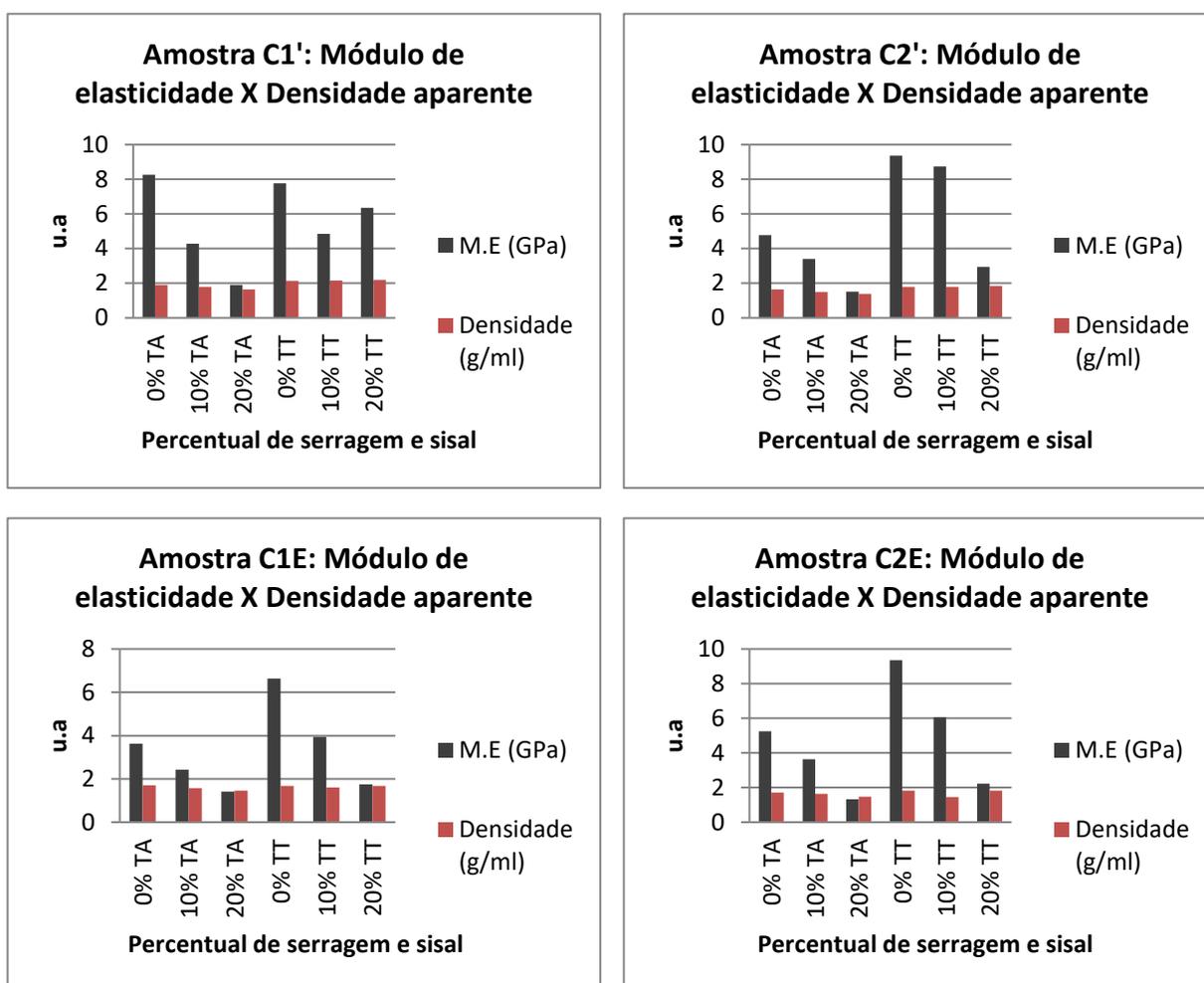
(b)

Fonte: Dados do autor, (2018).

Nota-se uma diminuição na densidade das amostras C1' e C2' em temperatura ambiente, em concordância com o acréscimo de serragem. Após a queima a densidade delas aumenta indicando uma densificação. Com escória ocorre o mesmo efeito.

Correlacionando as propriedades físicas das amostras como resistência a compressão, densidade aparente, módulo de elasticidade, porosidade aparente, é possível verificar concordância em alguns resultados. Os gráficos representados nas Figuras 36, 37, 38 e 39 a seguir mostram dados diretamente proporcionais e inversamente proporcionais.

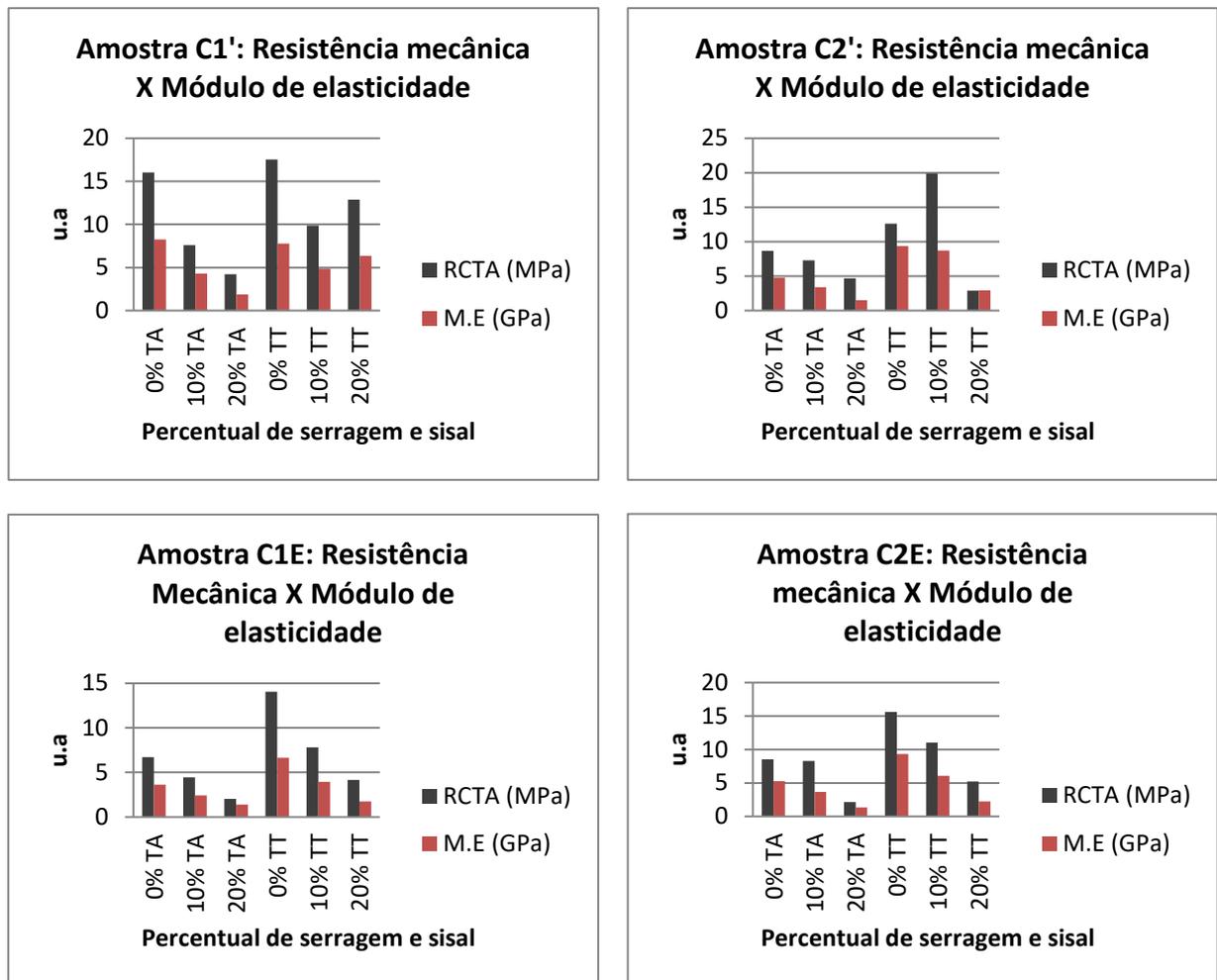
Figura 36 – Módulo de elasticidade versus densidade aparente.



Fonte: Dados do autor, (2018).

Esses dados mostram que essas propriedades são diretamente proporcionais, ou seja com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*), tanto a densidade diminuí como também o módulo elástico diminui. No entanto na amostra C1' 20% TT o módulo elástico aumento em consequência de a densidade ter aumentado relacionando o fator de retração volumétrica da amostra. Já a amostra C2E 20% TT é observado que a densidade aumenta, podendo ser também correlacionado o fator da retração.

Figura 37 – Resistência mecânica versus módulo de elasticidade.

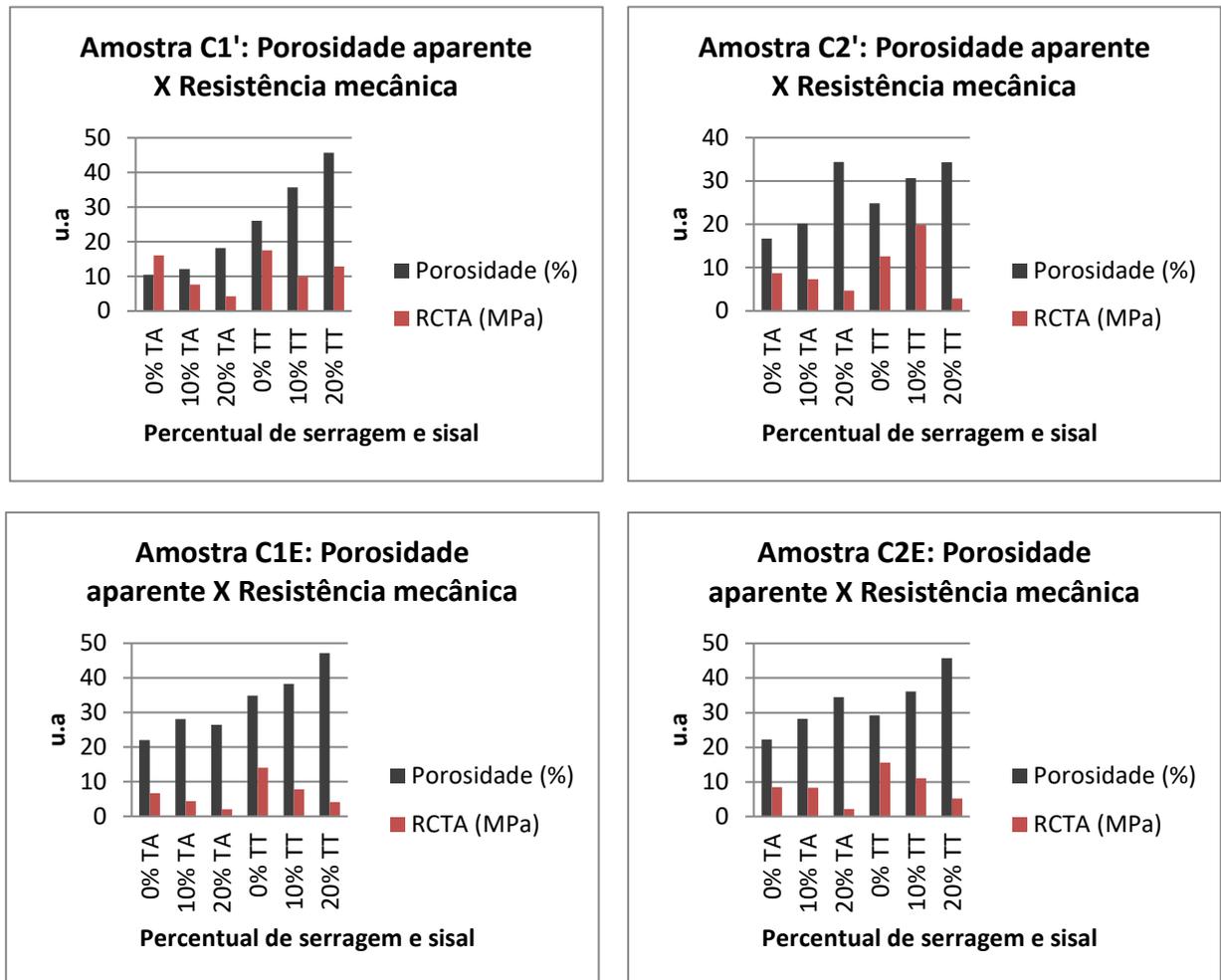


Fonte: Dados do autor, (2018).

Esses dados mostram que essas propriedades são diretamente proporcionais, ou seja, com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*), tanto a resistência mecânica como também o módulo elástico diminui. Porém nas amostras C1' e C2' após o tratamento térmico ocorre uma incoerência em C1' 20% TT inferindo-se que

ocorreu uma densificação devido a retração volumétrica, dando assim maior resistência mecânica e aumentando o valor da densidade. Já em C2' 10% TT ocorreu um aumento da resistência mecânica provavelmente em fator da retração volumétrica com manutenção dos poros.

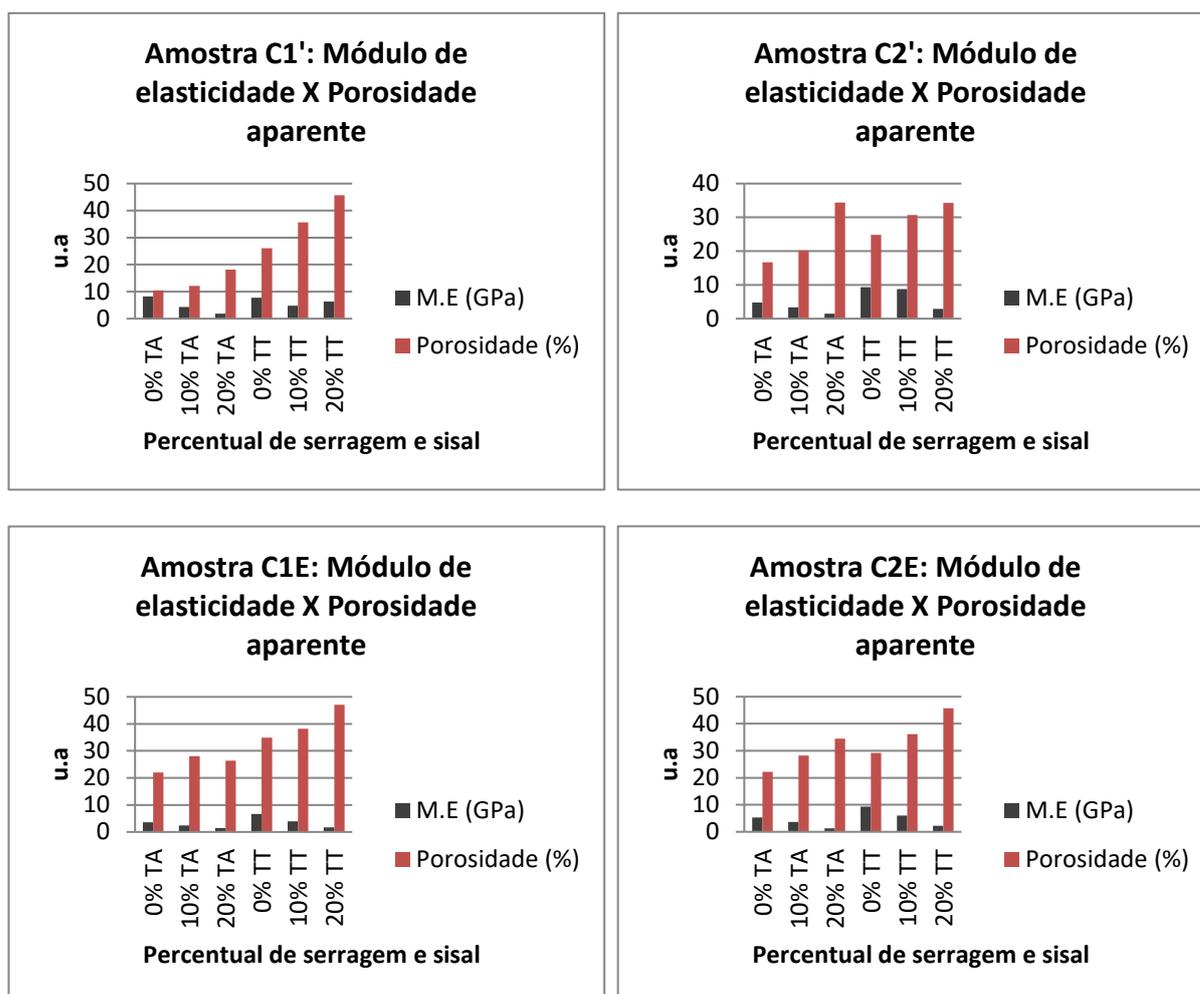
Figura 38 – Porosidade aparente versus resistência mecânica.



Fonte: Dados do autor, (2018).

Esses dados mostram que essas propriedades são inversamente proporcionais, ou seja, com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*), a porosidade aumenta e a resistência diminuí. No entanto ocorreu um fenômeno diferente nas amostras C1' e C2', pois mesmo com o aumento da porosidade a resistência mecânica em C1' 20 TT aumentou, e em C2' 10% TT também aumento podendo inferir que a composição fez efeito nesta propriedade mecânica.

Figura 39 – Módulo de elasticidade versus porosidade aparente.

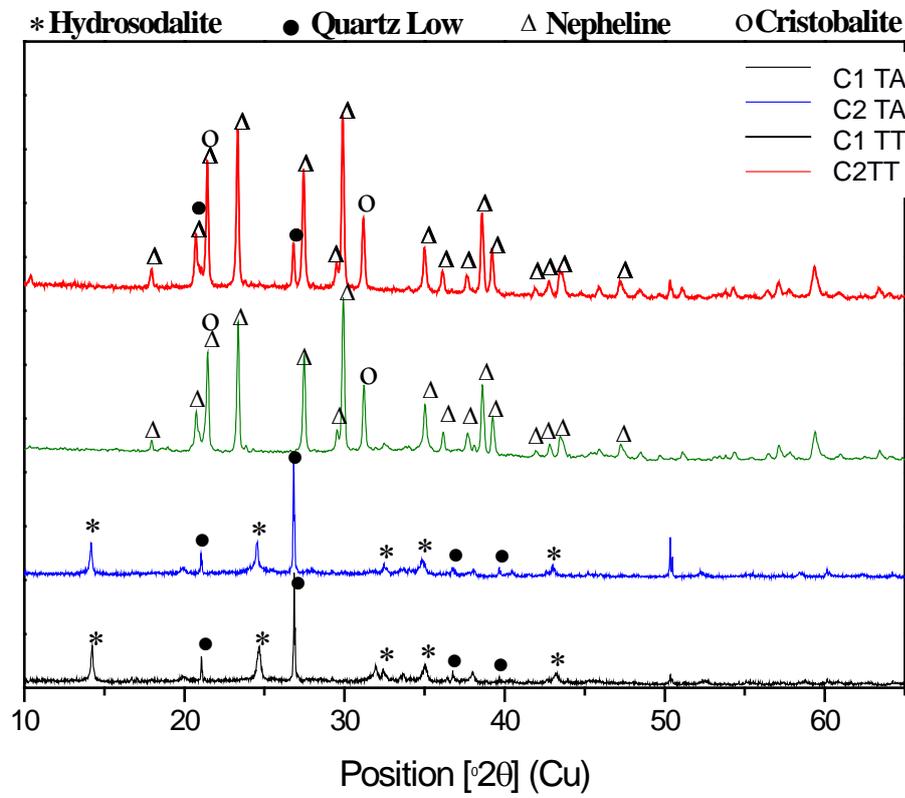


Fonte: Dados do autor, (2018).

Esses dados mostram que essas propriedades são inversamente proporcionais, ou seja, com o acréscimo de serragem e sisal (*algave sisalana*), a porosidade aumenta e o módulo elástico diminuiu. Mas na amostra C1' 20% TT o módulo elástico aumentou mesmo com a porosidade alta. A esse efeito podemos inferir que a composição fez efeito nesta propriedade mecânica.

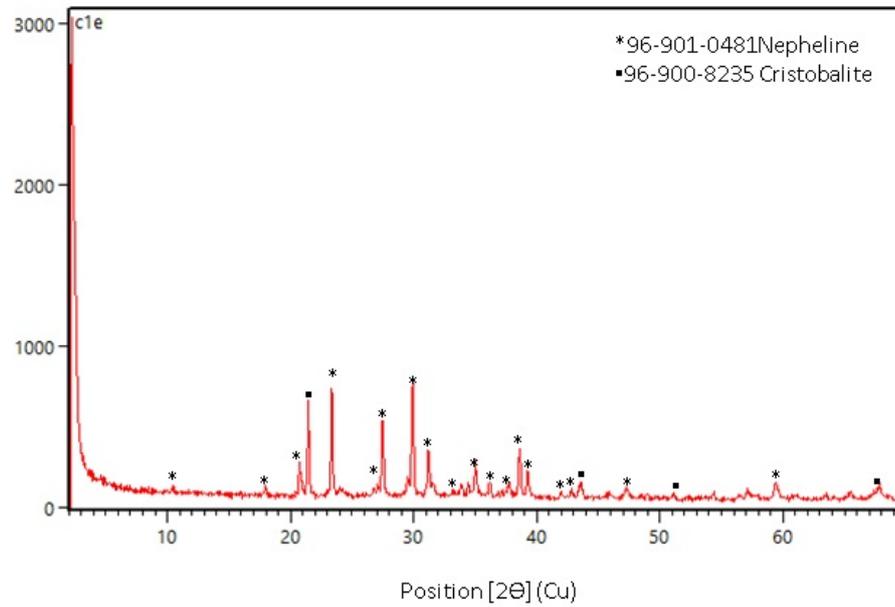
Após os ensaios as amostras foram maceradas para a realização do ensaio de caracterização de difração de raios X e foi possível constatar que as amostras obtidas após a queima nas respectivas temperaturas correspondem ao geopolímero por apresentarem as fases nephelina, cristobalita, sodalita, quartzo conforme é representado os espectros de difração de raios X abaixo nas Figuras 40, 41 e 42.

Figura 40 – Espectros de difrações de raios X, $K\alpha$ Cu (Método do pó) das amostras C1, C2 e C1HT, C2HT.



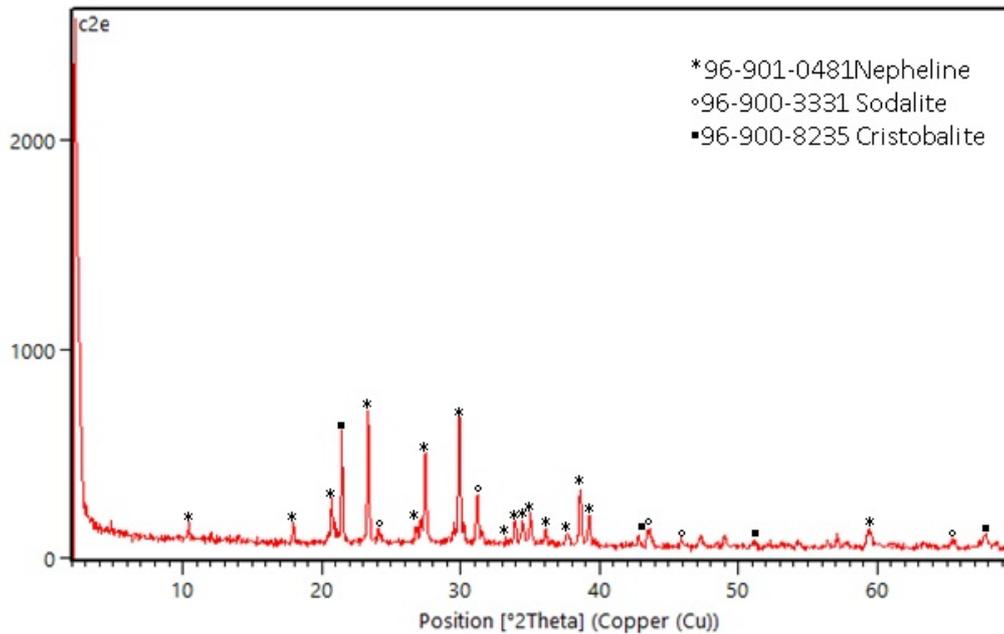
Fonte: Dados do autor,(2018).

Figura 41 – Espectros de difrações de raios X, $K\alpha$ Cu (Método do pó) da amostra C1ETT.



Fonte: Dados do autor,(2018).

Figura 42 – Espectros de difrações de raios X, $K\alpha$ Cu (Método do pó) da amostra C2ETT.



Fonte: Dados do autor,(2018).

4.4 – Imagens de microscopia eletrônica.

A superfície das amostras após fratura foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura – MEV. Foi possível constatar poros de acordo com a adição de serragem, além de verificar certas características das fibras de sisal adicionadas. As Figuras 43, 44 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52 e 53 mostram certas características antes e após o tratamento térmico.

Figura 43 – Amostra C1' TA

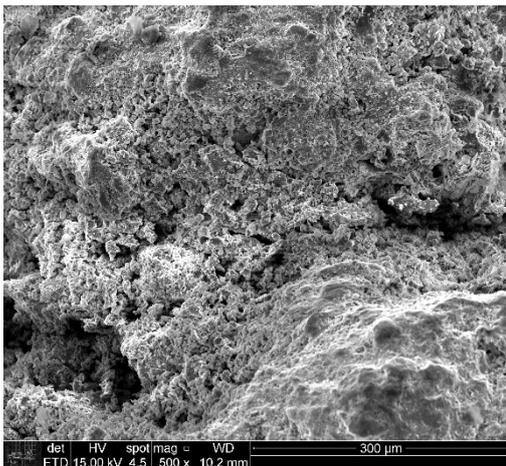


Figura 44 – Amostra C1' 10% TA

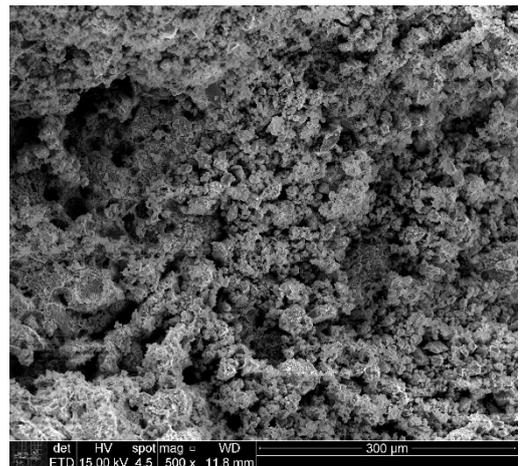


Figura 45 – Amostra C1' 20% TA

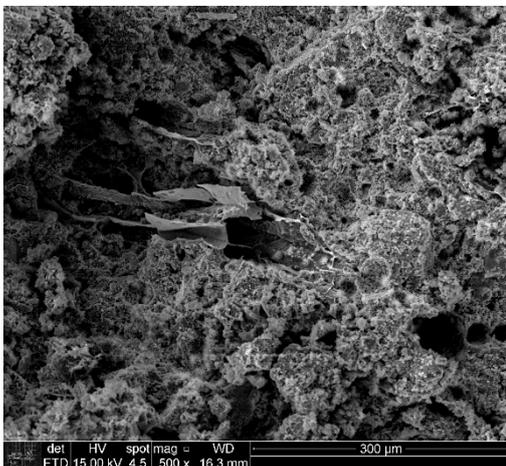


Figura 46 – Amostra C1' TT

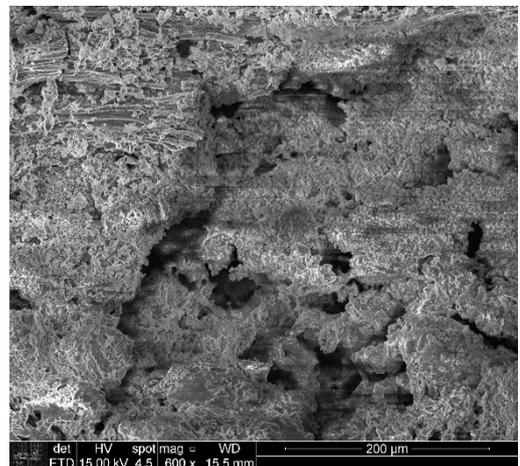


Figura 47 – Amostra C1' 10% TT

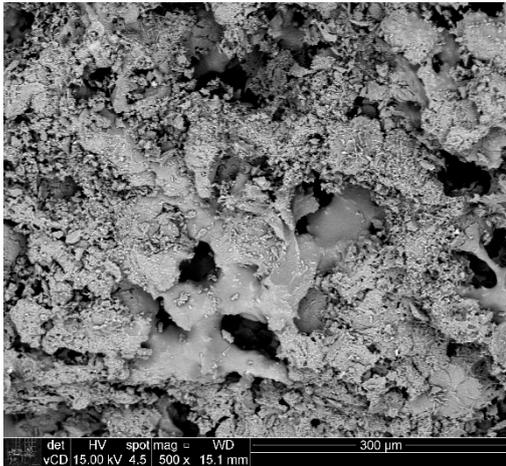
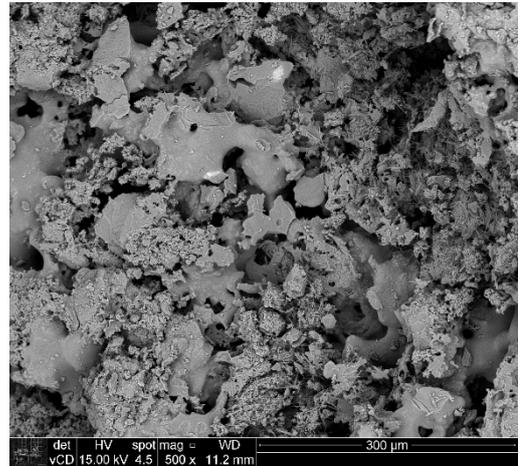


Figura 48 – Amostra C1' 20% TT



Fonte: Fotos do autor, (2018)

Figura 49 – Amostra C2' TA

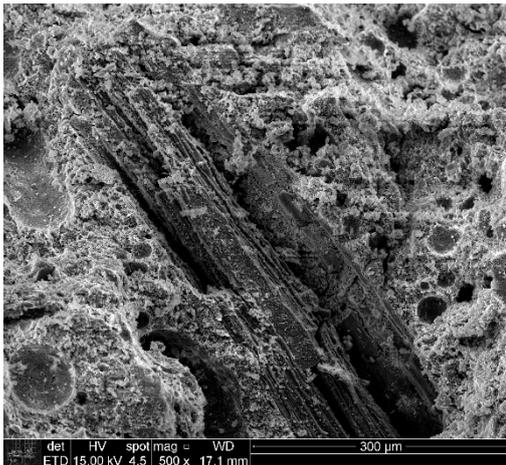


Figura 50 – Amostra C2' 10% TA

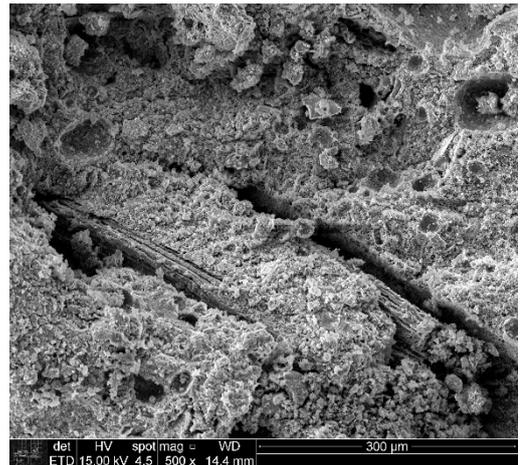


Figura 51 – Amostra C2' 20% TA

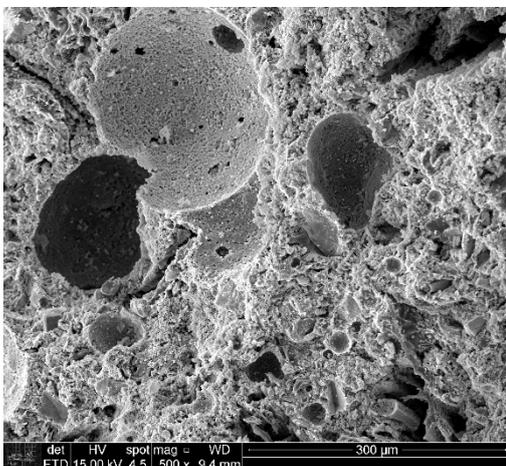
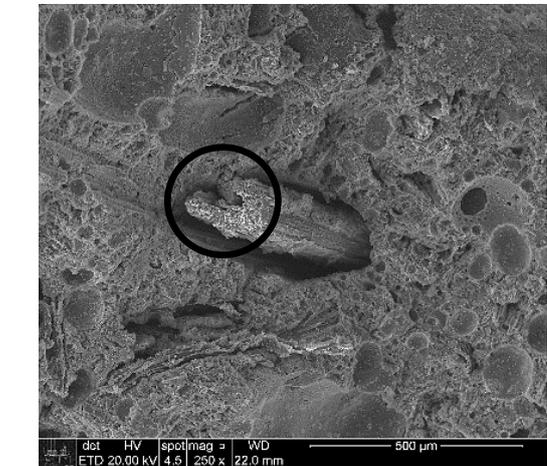
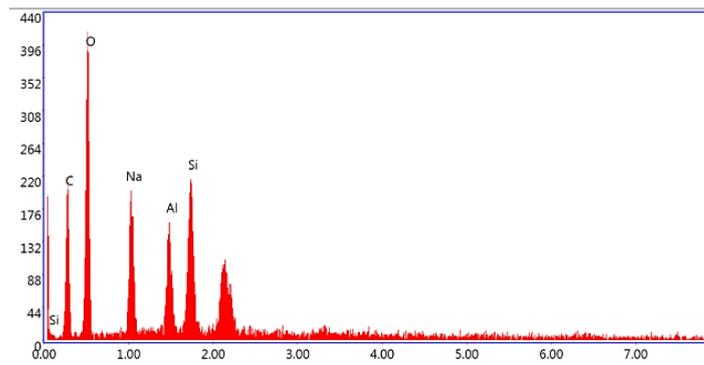


Figura 52 – Amostra C2' 20% TA



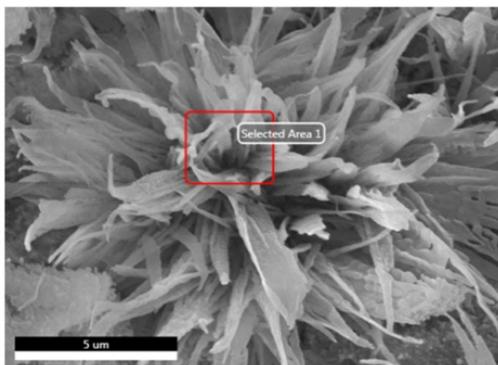
Fonte: Fotos do autor, (2018)

Figura 53 – EDS da amostra C2' 20% TA

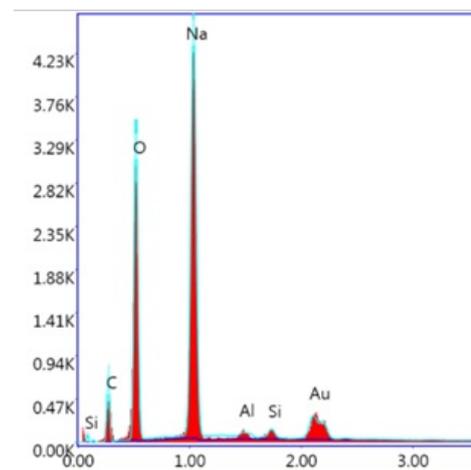


Fonte: Fotos do autor, (2018).

Figura 54 – Amostra C1 TA com sódio (a), EDS da amostra C1 TA (b)



(a)



(b)

Fonte: Fotos do autor, (2018).

Nas fotografias 43, 44 e 45 é possível visualizar o aumento da porosidade. Após o tratamento térmico verifica-se que as amostras das fotografias 46, 47 e 48 demonstraram certa sinterização. As amostras das fotografias 49, 50 e 51, nota-se também a porosidade crescente. Em destaque a amostra C2' 20% TA, (fotografia 52), enxergamos resquícios da fibra de sisal (*algave sisalana*) adicionada ao material, evidenciado também no ensaio de EDS em destaque na fotografia 53, representada acima. A fotografia 53 (a) mostra o sódio evidente na amostra e foi constatado pelo ensaio de EDS mostrado na fotografia 53 (b). Isso ocorre devido o excesso de sódio proveniente do NaOH e do silicato de sódio usado na composição na maioria das

vezes as concentrações de NaOH usadas variaram de 4,4 M – 14,6 M, evidenciando a necessidade de um cálculo aprimorado de estequiometria para evitar o excesso de sódio.

Capítulo 5 – Conclusão

As principais conclusões deste trabalho foram:

- As relações molares foram atendidas em grande parte das composições formuladas, como referência temos $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ obtido, 3,06 ; 3,09 ; 3,24 ; 5,47 e 5,41 sendo que os valores de referência são: 3,30 – 4,50 e 2,84 – 5,50.
- O tempo de cura dos geopolímeros formulados foi na faixa de 2 – 4 dias para serem manuseáveis e 11 dias de cura completa para testes de resistência mecânica.
- A resistência mecânica após queima foi de 3,4 – 16,83 MPa nas formulações C1, C2, C3 e C4. Nas formulações C1', C1E, C2' e C2E as resistências mecânicas obtidas foram de 5,22 – 19,88 MPa. Compatível com alguns valores encontrados na literatura (4 – 25 MPa), condições similares de cura e concentração de NaOH.
- Densidade das amostras após queima; C1, C2, C3 e C4 na faixa de 1,09 – 2,47 e C1', C1E, C2' e C2E na faixa de 1,45 – 2,49 g/ml. Na literatura os valores são (0,7 – 1,31 g/ml).
- A porosidade volumétrica ficou na faixa de 24,86 – 47,12 % nas amostras C1', C1E, C2' e C2E com a adição de serragem e sisal (*algave sisalana*) 0 %, 10 % e 20 % compatível com valores da literatura (28 – 45 %).
- Os geopolímeros sintetizados são do tipo Monômero de Polisialto e Monômero de Polidissiloxosialato, pois atendem as relações respectivamente de aproximadamente 1,0 e aproximadamente 3,0, conforme verificado em literatura.
- A adição de água deve ser controlada de forma que a massa não fique muito aquosa e nem muito espessa, sempre que possível atender as relações molares $\text{H}_2\text{O} / \text{NaO}_2$ que para Davidovits se encontra entre 10,0 – 25,0 e para outros pesquisadores os valores ficam entre 7,0 – 25,0. As relações molares $\text{H}_2\text{O} / \text{NaO}_2$ obtidas foram 7,08 – 16,93.
- As amostras devem ser feitas com concentrações na faixa de 12,0 a 14,0 mol/Litro, pois em concentrações maiores 17,0 mol/Litro o desempenho mecânico dos geopolímeros diminui, conforme verificado em literatura e também nas amostras obtidas com concentração de 17,0 e 22,0 mol/Litro, ficou evidente o surgimento de trincas, cristalização de sais, e rigidez severa. As concentrações de NaOH utilizados neste trabalho foi de 0,0 – 22,0 mol/Litro nas amostras C1, C2, C3 e C4 e de 4,0 – 15,0 mol/Litro nas amostras C1', C1E, C2' e C2E, devido as características de

formulação. Pois a adição de NaOH é um valor fixo porém a adição da água pode ser mais ou menos quantidade devido a trabalhabilidade.

- A adição acima de 1,5% de fibras de sisal em massa gerou problemas na execução da massa, na homogenização e na moldagem (trincamentos). Porque gera uma desigualdade na distribuição das fibras nos corpos de prova e em temperatura ambiente dependendo da composição gera fraturas ao cortar as amostras.

- A quantidade de serragem adicionada interferiu no processamento das amostras, na questão de precisar usar mais água para a homogeneização e resulta na diferença de resistência mecânica e densidade.

- A forma de preparo da massa interfere no resultado final, principalmente a adição da solução básica de NaOH deve ser feita a frio pois o calor liberado pela mesma decorrente de sua diluição em água interfere na massa de metacaulim e compostos criando grãos sólidos de massa. É necessária a preparação da solução alcalina um dia antes ou horas antes. A homogenização deve ser uniforme para garantir o espalhamento das fibras e serragem, a cura deve ser controlada e as amostras devem permanecer dentro de seus moldes para minimizar o surgimento de trincas.

- O material obtido no trabalho apresenta características compatíveis com outros autores avaliados durante a revisão bibliográfica. Porém podem ser melhoradas suas características quanto à resistência a compressão e densidade mesmo que essas duas características, estejam de acordo com a literatura, ainda podem ser aperfeiçoadas para atender o mercado, conforme a sua aplicação e necessidade.

Planejamento Futuro

Os trabalhos podem ser mantidos na mesma linha de execução. As amostras C2 e C2E atendem as relações molares e possui significativo resultado de resistência a compressão após a queima. O processo de cura é melhor, após queima sua resistência mecânica chega a ordem de 20 MPa. Como estudo posterior é interessante trabalhar com esta composição com adições de serragem na ordem de 10%, 20% e 30%, pois foi verificado que auxilia na secagem a frio. Aprimorar o modo de cura e realizar testes de acústica e condutividade térmica.

Uma nova composição foi desenvolvida, denominada de C3' e C3'E, o processo de cura demanda maior cuidado, atende a três relações molares conforme verificado na Tabela 25:

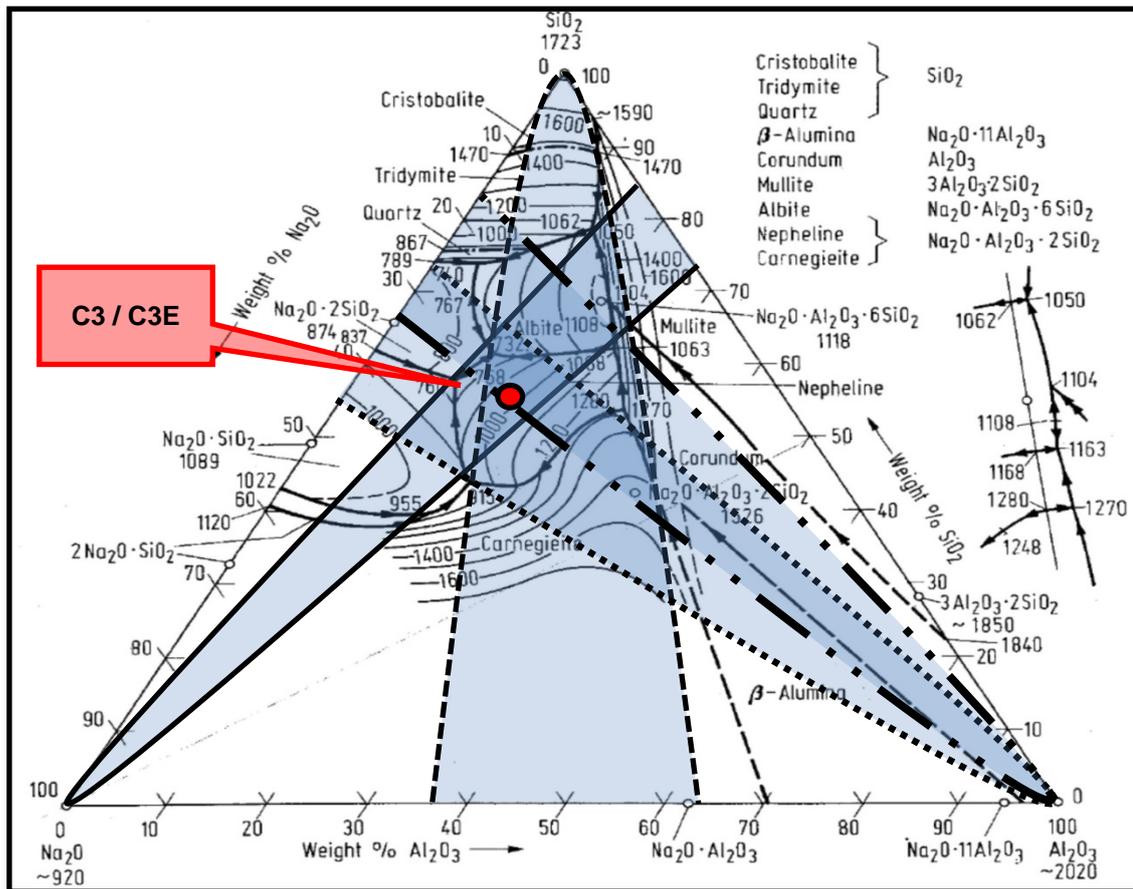
Tabela 25 – Relações molares obtidas e comparadas de C3' e C3E.

Composição / Relação molar	Na ₂ O/SiO ₂	SiO ₂ /Na ₂ O	Na ₂ O/Al ₂ O ₃	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	H ₂ O/Na ₂ O
C3'	0,46	2,15	2,55	5,47	3,37
C3'E	0,46	2,16	2,50	5,41	5,62
Literatura relação molar Davidovits	0,20 – 0,48	1,85	0,80 – 1,60	3,30 – 4,50	10,0 – 25,0
Literatura relação molar Autores	0,20 – 0,48	1,22 – 2,71	0,62 – 1,60	2,84 – 5,50	7,0 – 25,0

Fonte: Dados do autor, (2018).

Sua queima se dá a 750 °C devido a testes empíricos e análise do diagrama ternário massa do sistema Al₂O₃-Na₂O-SiO₂. Os pontos obtidos são Al₂O₃-26,7% Na₂O-55,9% SiO₂-17,5%. O alto percentual de Na₂O, se deve pela grande quantidade de NaOH e silicato de sódio, um fator que precisa ser reduzido porém sem perder o atendimento das razões molares. Na Figura 55 é possível verificar onde se posiciona e em que fase se encontra. As amostras C2 e C2E atendem as relações molares.

Figura 55 - Diagrama de fase ternário massa do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$ com pontos obtidos de C3, C3E.



Fonte: Stahleisen, (1995) adaptado.

Possível observar que o ponto dos percentuais de C3' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}26,8\% \text{Na}_2\text{O}\text{-}55,9\% \text{SiO}_2\text{-}17,3\%$ e C3'E $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}26,7\% \text{Na}_2\text{O}\text{-}55,9\% \text{SiO}_2\text{-}17,5\%$ se localizam dentro das regiões molares de Davidovits e atendem a três faixas molares distintas e também na interface de outra.

Os estudos detalhados destas composições podem ser de muita valia para o desenvolvimento de novos materiais acústicos e térmicos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - RODRIGO H, GERALDO and GLADIS C. Geopolimers studies in Brazil: A meta-analysis and perspectives. Artigo. IACSIT International journal of engineering and technology, Vol. 7, nº5, Oct. 2015.
- 2 – CATAI R.E, PENTEADO A.P, DALBELLO P.F. Materiais, técnicas e processos para isolamento acústico- universidade tecnológica federal do paran -UFTPR, Brasil. Departamento acad mico de constru o civil, Curitiba, PR-Brasil, 2006.
- 3 - Materiais de constru o, isolamento t rmico, dispon vel em http://www.ecocasa.pt/construcao_content.php?id=28 acessado em 03 de Fevereiro de 2015.
- 4 – ZHANG Z, PROVIS J.L, REID A, WANG H. Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete. Cement & Concrete Composites, v.62, p.97-105, 2015.
- 5 - PINTO A.T. Introdu o ao estudo de geopol meros. 2006, 92p. Universidade de tr s-os-montes e alto douro, Vila Real, 2006. Dispon vel em <http://www.geopolymer.com.br> acessado em 02 de Outubro de 2013.
- 6 – VASSALO E.A.S. Obten o de geopol mero a partir de metacaulim ativado. Universidade federal de minas gerais – Programa de p s gradua o em constru o civil. Belo Horizonte, 2013.
- 7 – JAY G.S, NAZARI A, CHEN L, NGUYEN G.H. Physical and mechanical properties of lightweight aerated geopolymer. Construction and building materials, v.79, p.236-244, 2015.

- 8 – YAO X, ZHANG Z, ZHU H, CHEN Y. Geopolymerization process of alkalimetakaolinite characterized by isothermal calorimetry. *Thermochimica acta*, Vol. 493, Issues 1-2, p.49-54, 2009.
- 9 - PEREIRA D.S.T et al. *Análise Microestrutural de concreto geopolimérico: Uma visão comparativa*. 2005, pp. 488-498. Instituto militar de engenharia, IME, Rio de Janeiro, 2005.
- 10 – BITENCOURT C.S, TEIDER B.H, GALLO J.B, PANDOLFELLI V.C. A geopolimerização como técnica para a aplicação do resíduo de bauxita. *Artigo. Cerâmica* 58v 20-28pp, 2012.
- 11 – WILLIAN T, ALAELSON G.V, LEME L.L.H, *Elaboração de uma nova rota de eliminação de ligante da cerâmica de alumina*, C&T, 4º Trimestre de 2013, pp. 71-79, 2013.
- 12 – REVISTA TÉCNICA. *Industrial heating Brasil-2013*. disponível em <http://www.revistaih.com.br/coluna/refratarios-e-isolantes-tipos-de-materiais-refratarios/> acessado em 02 de Novembro de 2013.
- 13 – CAROLINA N.L. *Desenvolvimento de pasta de geopolímeros a base de cinza volante e hidróxido de sódio*. 1v. 193p Universidade federal de santa catarina – Centro tecnológico, 2013.
- 14 – DAVIDOVITS J. 30 Years of successes and failures in Geopolymers applications. market trends and potential breakthroughs. *geopolymers 2002 Conference*, Melbourne, Austrália, 2002.
- 15 – KIATSUDA S, CHAI J, PUANGRAT K, PRINYA C. NaOH-Activated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature, *Fuel*, Ed. 90, pp. 2118-2124, 2011.
- 16 – UBOLLUK R, PRINYA C. Influence of NaOH solution on the synthesis of fly ash geopolymer, *Minerals engineering*, Ed. 22, pp. 1073-1078, 2009.

17 – AREDES F.G.M, CAMPOS T.M.B, MACHADO J.P.B et al, Effect of cure temperature on the formation of metakaolinite-based geopolymer, *Ceramics international*, vol 41, pp 7302-7311, july 2015.

18 – DUXON P, PROVIS J.L, LUKEY G.C et al, Understanding the relationship between geopolymers composition microstructure and mechanical properties, *Physicochemical and engineering aspect*, col 269, pp 47-58, November 2005.

19 – PINTO E.N.M.G, Aditivação de pastas geopoliméricas com tetraborato de sódio e látex não iônico para cimentação de poços de petróleo, Universidade federal do rio grande do norte, Centro de ciências exatas da terra, Natal, 2007.

20 – MURRAY H.H. *Applied Clay Mineralogy, occurrences, processing and application of kaolins, bentonites, palygorskite-sepiolite, and common clays.*

21 – Aditivos retardantes de chama. disponível em <http://www.tudosobreplasticos.com/aditivos/antichamas.asp> acessado em 11 de Fevereiro de 2015.

22 – LIMA S.C.C. Síntese e aplicação biotecnológica de nanomateriais de óxido de cério (IV), obtidas pelo método hidrotermal de micro-ondas”, Universidade federal da paraíba, Centro de ciências exatas e da natureza – Departamento de química, João Pessoa, 2013.

23 – Biljana R.I, Aleksandra A.M, Ljiljana R.M. Thermal treatment of kaolim clay to obtain metakaolin. *Intituto for testing of materiais*.p 351 -356, 2010. Belgrade, Serbia.

24 – ZANELLA S.R.D. Estudo da influencia do ativador alcalino nas propriedades mecânicas do geopolímero, Universidade do Vale do Paraíba – Univap, 2012.

25 – ROMANO R.C.O, PANDOLFELLI V.C. Universidade federal de são carlos, São Carlos, Brasil. Departamento de engenharia de materiais - Obtenção e propriedade de cerâmicas porosas pela técnica de incorporação de espuma. Revista cerâmica [online], vol.52 no.322, pp. 213-219. São Paulo, Abr./Jun. 2006 ISSN 0366-6913. <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69132006000200015>.

26 – SALVIANI V.R, GARCIA J.R, OLIVEIRA I.R, PANDOLFELLI V.C. Universidade federal de são carlos, São Carlos, Brasil. Departamento de engenharia de materiais - agente espumante e seus efeitos nas propriedades físicas de alumina porosa. Revista cerâmica [online], vol.52 no.321, pp. 57-62. São Paulo, Jan./Mar. 2006 ISSN 0366-6913. <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69132006000100008>.

27 – SILVA G.P, ANGELUS. Estrutura e propriedades de materiais cerâmicos – Capítulo VIII: Propriedades térmicas, disponível em [http://aulas.e-agps.info/ceramicos1/CAPITULO%20VIII%20VF.pdf/](http://aulas.e-agps.info/ceramicos1/CAPITULO%20VIII%20VF.pdf) acessado em 12 de Fevereiro de 2016.

28 – AKIYOSHI M.M, SILVA A.P, SILVA M.G, PANDOLFELLI V.C. Universidade federal de são carlos, São Carlos, Brasil. Departamento de engenharia de materiais - condutividade térmica e sua correlação com a temperatura e a massa específica volumétrica de materiais refratários sílico-aluminosos e aluminosos. Revista cerâmica [online], vol.47 no.301. São Paulo, Jan/Fev/Mar. 2001 ISSN 0366-6913. <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69132001000100005>

29 – LUIS PAULO G.O.V. Desempenho comparado entre argamassas geopoliméricas correntes e monofásicas com condutibilidade térmica melhorada. 1v. 134p Universidade do minho – Escola de engenharia, 2014.

30 – STANHEISEN V, DUSSELDORF D. Slag atlas 2nd edition, p317, 1995.

31 – ALOISIO J.G.C, MARCONE S.F.J. Solver (Excel) Manual de referência. departamento de computação- Universidade federal de ouro preto. Janeiro, 2004.

32 – DIOGENES H.J.F, COSSOLINO L.C, PEREIRA A.H.A, et al, Determinação do módulo de elasticidade do concreto a partir da resposta acústica, Ibracom Structures and Materials Journal, vol 4 n3, pp 792-813, 2011.

Anexos

Planilha de conversão para Diagramas Ternário Molar do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-SiO}_2$.

Continuação

Continuação

Continuação

Como Funciona:

Exemplo para uso;

Nos cálculos estequiométricos são obtidos os percentuais para montar o diagrama ternário de fase Massa (Na_2O 30,55% ; SiO_2 39,16% ; Al_2O_3 30,29%), para achar os pontos no diagrama ternário de fase basta seguir as instruções do quadro abaixo.

	% obtida	N° de mol	$\text{Na}_2\text{O} /$ SiO_2	$\text{SiO}_2 /$ Al_2O_3	$\text{Na}_2\text{O} /$ Al_2O_3	$\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2$	$\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$
						Observo o valor da relação acima (0,76) e relaciono com o valor das colunas Na_2O , SiO_2	Observo o valor da relação acima (2,20) e relaciono com o valor das colunas Na_2O , SiO_2	Observo o valor da relação acima (1,66) e relaciono com o valor das colunas Na_2O , SiO_2
Na_2O	30,55	0,493	0,76	2,20	1,66	Temos: $\text{Na}_2\text{O} = 0,43$ $/ \text{SiO}_2 = 0,57$	Temos: $\text{SiO}_2 = 0,69$ $/ \text{Al}_2\text{O}_3 = 0,31$	Temos: $\text{Na}_2\text{O} = 0,62$ $/ \text{Al}_2\text{O}_3 = 0,38$
SiO_2	39,16	0,652						
Al_2O_3	30,29	0,297						