

LUCAS DANIEL CASSEL

**MANIFESTAÇÃO PATOLÓGICA EM SISTEMAS
GEOPOLIMÉRICOS PRODUZIDOS COM
METACAU LIM: AVALIAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE
NO DESENVOLVIMENTO DE EFLORESCÊNCIAS**

Trabalho de Diplomação apresentado ao Departamento de Engenharia Civil da Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro Civil

Orientadora: Ana Paula Kirchheim
Co-orientador: Marlon Augusto Longhi

Porto Alegre

Janeiro 2018

LUCAS DANIEL CASSEL

**MANIFESTAÇÃO PATOLÓGICA EM SISTEMAS
GEOPOLIMÉRICOS PRODUZIDOS COM
METACAULIM: AVALIAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE
NO DESENVOLVIMENTO DE EFLORESCÊNCIAS**

Porto alegre, janeiro de 2018

Ana Paula Kirchheim

Dr.^a. Pela UFRGS

Orientadora

Marlon Augusto Longhi

Mestre pela UFRGS

Coorientador

BANCA EXAMINADORA

Prof. Ma. Muriel Froener (Prof^a UCS)

Mestre pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof. Me. Luiz Carlos Bonin (Prof^o UFRGS)

Mestre pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Dedico este trabalho aos meus pais, Edilson e Bernadete, por sempre me apoiarem, e
minha esposa amada Lais, por ser minha companheira em todos os meus desafios.

What is the use of living, if it be not to strive for noble causes and to make this muddled world a better place for those who will live in the after we are gone?

Winston Churchill

RESUMO

CASSEL, L. D. Manifestação patológica em sistemas geopoliméricos produzidos com metacaulim: avaliação da susceptibilidade no desenvolvimento de eflorescências. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Civil) – UFRGS, Porto Alegre.

Os geopolímeros são uma nova classe de ligantes cimentícios, alternativa ao cimento Portland na construção civil. Estes novos ligantes são constituídos por uma reação química entre duas partes, um ativador alcalino e um aluminossilicato amorfo (precursor). Geopolímeros produzidos com metacaulim, tendem a desenvolver eflorescências, uma manifestação patológica que pode prejudicar a integridade estrutural do material. As eflorescências são formadas principalmente devido ao formato flocular do caulim, às impurezas presentes no precursor e ao excesso de sais presentes dos ativadores por meio da cristalização de sais. Esta manifestação patológica pode acontecer internamente e externamente, variando de acordo com condições do ambiente. O presente trabalho tem como objetivo avaliar como a cristalização dos sais se comporta com essas alterações na composição dos materiais a partir de diferentes dosagens de ativadores, adição de pigmentação a base de óxido de ferro e revestimento em resina acrílica em argamassas geopoliméricas. O trabalho utilizou de dois tipos diferentes de metacaulim, comercial e produzido em laboratório. Foi utilizado silicato de sódio e hidróxido de sódio como ativadores, sendo as relações da dosagem medidas em SiO_2/NaOH , ($M_s=1,0$ e $M_s=0,5$). O programa experimental baseou-se nas técnicas de aceleração de eflorescência por meio da capilaridade ascendente da água, ensaio de resistência à compressão axial e ensaio de resistência à flexão. A partir da análise de resultados, foi possível concluir que as amostras com $M_s=1,0$ apresentaram melhor desempenho nos ensaios de resistência mecânica e no ensaio de aceleração na formação de eflorescência. Os geopolímeros produzidos com metacaulim produzido em laboratório também obtiveram melhores resultados nos três ensaios deste trabalho. A adição de pigmento baseado em óxido de ferro obteve maior resistência à compressão axial quando comparado aos resultados das misturas sem o pigmento. Por fim, concluiu-se que o revestimento dos corpos de prova em resina acrílica não reduziu a cristalização dos sais e a formação de eflorescências, não impedindo assim, a manifestação desta patologia.

Palavras-chave: Geopolímero, metacaulim, eflorescência, patologia, durabilidade

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Etapas da pesquisa.....	16
Figura 2: Prédios existentes em Bruxelas, construídos parcialmente com Purdociment. A -Prédio na esquina da Rua Brendel n°9 com a Avenida Oudergem n°15. B - Visão sul e leste do prédio Real.	18
Figura 3: C - O estacionamento Parking 58. D - O residencial King Victor Square, ambos construídos parcialmente com o Purdociment.....	18
Figura 4: Modelo simplificado de Glukhosvky	20
Figura 5: Representação esquemática da condensação de espécies de silicato e aluminato monomérico.	21
Figura 6: Microestrutura do metacaulim.....	24
Figura 7: Processo de ativação com hidróxido e silicato de sódio	27
Figura 8: Processo de surgimento de eflorescências.....	29
Figura 9: Planejamento das amostras de teste piloto	32
Figura 10: Planejamento das amostras da pesquisa	33
Figura 11: Fotos do metacaulim comercial e calcinado em laboratório	36
Figura 12: Método de mistura das amostras	40
Figura 13: Modelo da prensa utilizada nos ensaios de resistência mecânica à esquerda, corpo de prova retificado à direita	41
Figura 14: A - Corpos de prova em período de cura. B - Corpos de prova imergidos em água à direita	42
Figura 15: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão de pastas.....	43
Figura 16: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão aos 7 dias para o teste de agregados.....	44
Figura 17: Corpos de prova cilíndricos com os três tipos de areia.	44
Figura 18: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão para amostras sem adição de pigmento.	45
Figura 19: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão para amostras com adição de pigmento.	46
Figura 20: Resultado médio do ensaio à resistência à flexão para amostras sem adição de pigmento.....	48

Figura 21: Resultado médio do ensaio à resistência à flexão para amostras com adição de pigmento.....	48
Figura 22: Ensaio de aceleração na formação de eflorescências nas idades de 0 e 5 dias. Amostras frontais com resina.....	50
Figura 23: Ensaio de aceleração na formação de eflorescências nas idades de 15 e 30 dias. Amostras frontais com resina.	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Resultados em % de óxidos da constituição química do metacaulim comercial	34
Tabela 2: Análise por difratometria de raios-x do metacaulim comercial.....	35
Tabela 3: Resultados em % de óxidos da constituição química do caulim calcinado	36
Tabela 4: Dosagem das pastas de teste piloto.	38
Tabela 5: Dosagem das dez amostras em gramas.	39
Tabela 6: Relação de diferença de resistência à compressão entre amostras com e sem pigmento.	47
Tabela 7: Relação de resistências entre resistência à tração e resistência à compressão.	49

ÍNDICE

1 INTRODUÇÃO	11
1.1 QUESTÃO DE PESQUISA	12
1.2 OBJETIVOS DA PESQUISA	13
1.2.1 Objetivo principal	13
1.2.2 Objetivos secundários	13
1.3 PRESSUPOSTO	13
1.4 PREMISA	13
1.5 DELIMITAÇÕES	14
1.6 LIMITAÇÕES	14
1.7 DELINEAMENTO	14
2 GEOPOLÍMERO	17
2.1 CONTEXTUALIZAÇÃO	17
2.2 GEOPOLIMERIZAÇÃO	19
2.3 FATORES E RELAÇÕES IMPORTANTES NA GEOPOLIMERIZAÇÃO	21
2.4 MATERIAIS	23
2.4.1 Precursores	23
2.4.1.1 Metacaulim	23
2.4.2 Ativadores	25
2.4.2.1 Hidróxido de Sódio (NaOH)	25
2.4.2.2 Silicato de Sódio ($\text{Na}_2\text{OSiO}_3\text{nH}_2\text{O}$)	26
2.5 DURABILIDADE	28
2.6 FENÔMENO DA EFLORESCÊNCIA	28
2.7 EFLORESCÊNCIA EM GEOPOLÍMEROS	29
2.8 LACUNAS DE CONHECIMENTO	31
3.1 VARIÁVEIS FIXAS	33
3.2 MATERIAIS UTILIZADOS	34
3.2.1 Metacaulim	34
3.2.1.1 Metacaulim comercial (MKC)	34
3.2.1.2 Metacaulim preparado em laboratório (CC)	35
3.2.2 Ativadores	36
2.4.2.2 Silicato de Sódio comercial	37

3.2.2.2 Hidróxido de sódio (NaOH).....	37
3.2.3 Agregados.....	37
3.2.4 Pigmento.....	37
3.2.5 Resina acrílica.....	37
3.3 MÉTODOS	38
3.3.1 Método de dosagem.....	38
3.3.2 Método de mistura	39
3.3.3 Métodos de ensaios	40
3.3.3.1 Resistência à compressão.....	40
3.3.3.2 Resistência à flexão.....	41
3.3.3.3 Ensaio de aceleração na formação de eflorescências.....	41
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	43
4.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	43
4.1.1 Resistência à compressão teste piloto	43
4.1.2 Resistência à compressão Programa Experimental	45
4.2 RESISTÊNCIA À FLEXÃO	47
4.3 ENSAIO DE ACELERAÇÃO NA FORMAÇÃO DE EFLORESCÊNCIAS	49
5 CONCLUSÕES.....	54
6 REFERÊNCIAS.....	56
7 ANEXOS – GRANULOMETRIA DO METACALIM DE LABORATÓRIO (CC).....	60

1 INTRODUÇÃO

As mudanças climáticas já são uma realidade para o planeta e as evidências fazem parte dos acontecimentos diários, com ameaças à infraestrutura das cidades, diminuição da produtividade nas lavouras e alterações nas marés dos oceanos. Uma única indústria conta com 5% das emissões de dióxido de carbono (CO₂) para o meio ambiente: o cimento Portland (RUBENSTEIN, 2012). Este material é o ingrediente primário do concreto, segundo material mais consumido pelo ser humano no mundo, perdendo somente para a água (RUBENSTEIN, 2012). Em 2013 o consumo de cimento no mundo foi de aproximadamente 555 kg por pessoa (CEMBUREAU, 2017), sendo à época o Brasil o 5º maior consumidor de cimento do mundo com consumo médio anual de 349 kg por pessoa (SNIC, 2015).

Dentro desse cenário, a indústria cimenteira mundial vem adotando voluntariamente medidas para melhorar o desempenho de seus processos produtivos quanto à emissão de gases de efeito estufa, incluindo o acompanhamento e inventário de emissões, o desenvolvimento de programas de eficiência energética, o uso de adições ao cimento e o uso de combustíveis alternativos (SNIC, 2015). Embora exista um limite para a eficiência de todo o processo, tal limite encontra-se próximo e/ou já se mostra improvável moderar as emissões de CO₂ significativamente.

Em tal perspectiva, diferentes alternativas devem ser estudadas. Quando analisado o panorama mundial, uma tecnologia vem sobressaindo-se: os ligantes geopoliméricos. O termo geopolímero foi introduzido para representar polímeros de origem mineral resultantes da investigação geoquímica (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009). O processo de geopolimerização envolve uma reação química que se produz em um meio altamente alcalino onde certos minerais como a sílica e a alumina irão reagir criando compostos com ligações do tipo Al-O-Si (WAN, RAO, SONG, CHOLICO-GONZÁLEZ, & ORTIZ, 2017). O aproveitamento e utilização de diferentes resíduos ou subprodutos industriais em sua produção, contribuem para a redução da emissão de gases responsáveis pelo efeito estufa em até 80% (TURNER; COLLINS, 2013). Assim, quando cimentos álcali ativados ou geopoliméricos são produzidos em condições ótimas, este apresenta propriedades

equivalentes ou até mesmo superiores aos materiais tradicionais, produzidos com Cimento Portland (LONGHI et al., 2016).

As matérias primas para a produção do geopolímero estão baseadas em um precursor (mineral que contém um elevado teor de sílica e alumina) que é ativado mediante a mistura de uma solução de elevada alcalinidade (ativador) (PROVIS; van DEVENTER, 2009). A qualidade do geopolímero depende essencialmente da natureza e características físico-químicas das matérias primas, assim como sua dosagem. Os precursores são de suma importância para as características a que se quer alcançar, caso, sejam produtos obtidos por calcinação, como por exemplo o metacaulim (obtido a partir de tratamento térmico de uma argila caulínica) ou cinzas volantes, o geopolímero possuirá elevadas resistências mecânicas quando comparados com outros precursores de baixa reatividade (HABERT et al., 2011). O ativador é composto regularmente por uma solução de hidróxido (de sódio ou potássio) com a presença ou não de silicatos solúveis (principalmente silicato de sódio).

A durabilidade do concreto é uma característica importante a ser considerada, principalmente a longo prazo. Em comparação ao cimento Portland, os geopolímeros têm vantagens na resistência à ataques químicos (JIN et al., 2016), resistência ao calor (DAVIDOVITS; DAVIDOVICS, 1991) e na proteção do aço das armaduras (ALBITAR; ALI; et al., 2017), contudo em alguns aspectos nesta área, os geopolímeros ainda falham quanto sua durabilidade. Por conterem uma quantidade muito grande de sais livres em sua composição final, os geopolímeros sofrem com a cristalização interna e externa destes álcalis livres, este fenômeno é conhecido como eflorescência. A eflorescência é a formação de depósitos salinos na superfície ou próximo da superfície de concretos e argamassas, através do processo de solubilização dos sais livres e posterior evaporação da água. Ainda há lacunas neste assunto que devem ser pesquisadas para melhor compreensão deste fenômeno, sendo este o objetivo deste trabalho.

1.1 QUESTÃO DE PESQUISA

Qual a durabilidade de argamassas geopoliméricas produzidas com metacaulim quanto à manifestação patológica da susceptibilidade de eflorescências.

1.2 OBJETIVOS DA PESQUISA

Os objetivos da pesquisa estão classificados em principal e secundários e são descritos a seguir.

1.2.1 Objetivo principal

O objetivo principal desta pesquisa é avaliar a susceptibilidade formação de eflorescências em argamassas geopoliméricas produzidas com dois tipos diferentes de metacaulim, variando a dosagem de seus ativadores, a adição de pigmentos nas misturas e o revestimento com resina acrílica.

1.2.2 Objetivos secundários

Os objetivos secundários deste trabalho são:

- avaliar o efeito do revestimento em resina acrílica na redução de eflorescências em geopolímeros;
- avaliar o efeito de pigmentação na redução de eflorescências em geopolímeros;
- avaliar o comportamento mecânico dos sistemas através de ensaios de resistência à compressão e flexão.

1.3 PRESSUPOSTO

O trabalho tem por pressuposto de que a durabilidade de sistemas geopoliméricos é afetada negativamente pela susceptibilidade de eflorescências, tanto em sua resistência mecânica quanto em sua estética.

1.4 PREMISA

O trabalho tem por premissa que, dado a grande pegada de carbono gerada pelo cimento Portland, os ligantes geopoliméricos surgem como potencial alternativa por emitirem menos gases do efeito estufa, a vulnerabilidade deste produto quanto ao advento de eflorescências quando usado metacaulim como precursor prejudica sua durabilidade e inviabiliza-o comercialmente.

1.5 DELIMITAÇÕES

O trabalho delimita-se ao estudo de argamassas geopoliméricas produzidas unicamente com metacaulim e utilizando somente hidróxido de sódio e silicato de sódio como ativadores. Serão usados como ligantes: cimento Portland em argamassa comum para comparativo, metacaulim comercial, proveniente de Ijaci – MG, em argamassa geopolimérica e metacaulim, proveniente de Pantano Grande – RS, produzido em laboratório em argamassa geopolimérica.

1.6 LIMITAÇÕES

São limitações do trabalho:

- a) uso somente de areia calcária como agregado miúdo na produção das argamassas e na proporção de 1:2,5 e relação água/ligante de 0,60;
- b) duas dosagens diferentes para a adição de pigmento amarelo, 0% e 10% de massa em relação ao ligante;
- c) aplicação da resina acrílica por imersão, afim de preencher o máximo de vazios possíveis;
- d) os corpos de prova foram moldados em formas metálicas para os ensaios de mecânicos e em formas de acrílico no ensaio de imersão em água.

1.7 DELINEAMENTO

O trabalho será realizado seguindo as etapas:

- a) pesquisa bibliográfica;
- b) elaboração do programa experimental;
- c) caracterização dos materiais;
- d) condução dos ensaios de resistência à compressão axial, resistência à flexão e desenvolvimento de eflorescências por imersão em água;
- e) análise dos resultados;
- f) conclusões.

Durante a etapa de **pesquisa bibliográfica** foram colhidas informações necessárias para o embasamento técnico e teórico deste trabalho. Envolveu a leitura e interpretação de

trabalhos científicos, bem como o acesso à livros técnicos, artigos científicos, teses de doutorado, dissertações de mestrado, trabalhos de conclusão de curso além das normas técnicas da ABNT, ASTM e do CEN. Esta etapa foi contínua e permeia por todo o trabalho, afim de manter o conhecimento do trabalho atualizado em relação à área a que se propõe.

Na **elaboração do programa experimental** foi estruturado quais ensaios seriam importantes para alcançar os objetivos do trabalho, bem como as dosagens das amostras e os materiais que seriam usados. Baseado em pesquisa bibliográfica optou-se por realizar os ensaios de resistência à compressão axial, resistência à flexão e desenvolvimento de eflorescências por imersão em água.

Dando sequência, a **caracterização dos materiais** enriqueceu o trabalho ao comparar a granulometria dos ligantes, bem como caracterizar os ativadores dos sistemas geopoliméricos. Na caracterização dos dois tipos diferentes de metacaulim também foi analisado a quantidade de sílica, presente nesses materiais.

Concluído a caracterização dos materiais, foi possível voltar à pesquisa bibliográfica e definir as proporções das dosagens para os sistemas estudados. Inicialmente foram moldados corpos de prova cúbicos de pasta em um teste piloto e realizado ensaio de **resistência à compressão axial** para posterior ruptura, afim de definir a dosagem da pasta. A seguir foram moldados corpos de prova cilíndricos com três tipos diferentes de agregado e realizado novamente o ensaio de **resistência à compressão axial**. A partir destes testes foram definidos 10 traços para realizar tanto ensaio de resistência à compressão axial quanto o ensaio de **resistência à flexão**. Dando sequência ao programa experimental foram moldados corpos de prova cilíndricos e após os corpos de prova terem curado em ambiente com umidade e temperatura controlados, os mesmos foram levados à **imersão em água** para acompanhamento diário, com objetivo de mapear a susceptibilidade de eflorescências nos corpos de prova.

Os ensaios experimentais geraram dados sobre o desempenho dos sistemas analisados e conseqüentemente foi realizado uma análise estatística sobre tais resultados. Nesta etapa, **análise dos resultados**, foram avaliados os resultados retomando a consulta à bibliografia disponível, afim de entender tais desfechos e poder realizar as discussões e **conclusões** deste trabalho.

Todo este delineamento fica mais facilmente visualizado observando a figura 1.

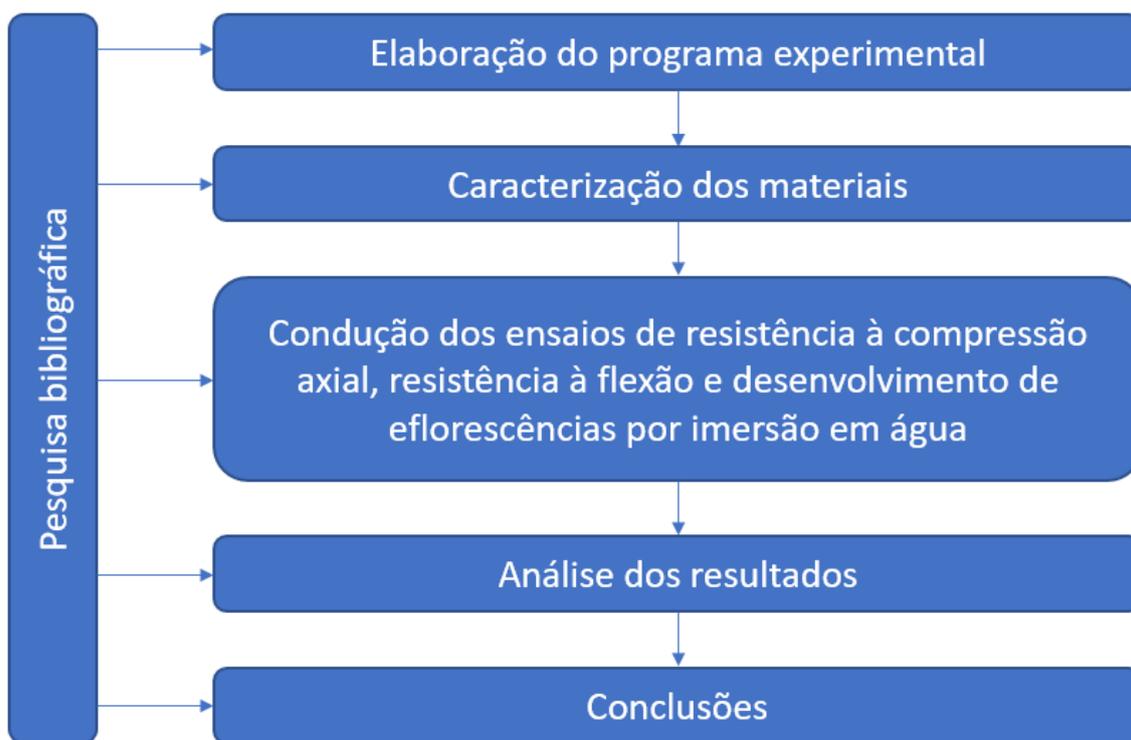


Figura 1: Etapas da pesquisa

(fonte: elaborado pelo autor)

2 GEOPOLÍMERO

2.1 CONTEXTUALIZAÇÃO

O uso de ligantes álcali-ativados como material construtivo foi demonstrado pela primeira vez por Purdon, em 1940. Devido à escassez do clínquer Portland no período pós segunda guerra mundial, Purdon realizou estudos sobre cimentos que consistiam em um precursor de escória de alto forno rico em cálcio, ativando-o com hidróxido de sódio, com a avaliação conjunta de outros ativadores (FERNA; DEVENTER, 2007). Nos anos seguintes foi criada uma empresa (Le Purdociment) que produzia e comercializava seus cimentos feitos de escória ativada alcalinamente (BUCHWALD; VANOOTEGHEM, 2015). As construções foram realizadas no período de 1952 a 1959 e feitas com concreto álcali-ativado. Baseado em uma entrevista com A. O. Purdon em agosto de 1985, uma lista de estruturas construídas com *Purdociment* mostra empreendimentos de todos os tipos, dentre eles prédios residenciais, igrejas, tuneis, rodovias, estações de trem e até mesmo o prédio Real, um prédio de 22 andares. As figuras 2 e 3 exibem algumas destas construções que se encontram em bom estado de conservação até hoje.

O termo “Geopolímero” foi introduzido nos anos 70 pelo cientista, engenheiro e professor Joseph Davidovits e aplicado à uma classe de materiais sólidos sintetizados pela reação entre pós ricos em aluminossilicatos com uma solução alcalina. Esse material foi inicialmente desenvolvido como alternativa, afim de sanar um sério problema de incêndios que aconteciam por toda Europa, por ser um polímero resistente ao fogo e não consumível (DAVIDOVITS, 1994). A partir deste desenvolvimento inicial, os demais trabalhos foram realizados neste mesmo caminho, indo das mais diversas áreas como os sistemas de escape de motores, ou onde a segurança contra incêndios é um parâmetro de projeto crítico, como em aeronaves (PAPAKONSTANTINO et al., 2008). Sem a geração de fumaça tóxica e resistindo a até 1000°C os materiais geopoliméricos surgiram como alternativa para o uso em usinas nucleares (SENTRY, 1995) e até mesmo no uso de ferramentas onde é necessário altas resistências ao calor (DAVIDOVITS; DAVIDOVICS, 1991).



Figura 2: Prédios existentes em Bruxelas, construídos parcialmente com Purdociment. A -Prédio na esquina da Rua Brendel n°9 com a Avenida Oudergem n°15. B - Visão sul e leste do prédio Real.

(Fonte Buchwald (2015))



Figura 3: C - O estacionamento Parking 58. D - O residencial King Victor Square, ambos construídos parcialmente com o Purdociment.

(Fonte Buchwald (2015))

Apesar de o enfoque inicial ser a resistência ao fogo e ao calor, os materiais produzidos com sistemas geopoliméricos têm outras qualidades que os tornam atrativos, como a baixa emissão de gases do efeito estufa quando comparados à sistemas construtivos atuais

tal como o concreto de cimento Portland (TURNER; COLLINS, 2013). O uso de resíduos e/ou subprodutos como ligantes, também geram compostos com bons atributos mecânicos (LONGHI, 2015), boa resistência à ataques químicos, bem como ambientes muito ácidos ou muito alcalinos (JIN et al., 2016; MEHTA; SIDDIQUE, 2017), a alta adesão à outros materiais, sendo melhor, inclusive, que o concreto de cimento Portland em testes de arrancamento em barras de aço (NAZARI, A.; SANJAYAN, J. G.). Se comparado ao concreto de cimento Portland os sistemas geopoliméricos têm também melhor resistência à abrasão (RAMUJEE; POTHARAJU, 2014), dentre outras qualidades.

2.2 GEOPOLIMERIZAÇÃO

Os sistemas geopoliméricos são bi-componentes, ou seja, seu produto é gerado pela reação de dois constituintes: o ligante ou precursor, formado por pós ricos em aluminossilicatos com microestrutura amorfa e uma dimensão granulométrica adequada (PROVIS et al. (2009)). O outro componente são os ativadores, em geral são soluções aquosas com alto pH suficientes para solubilizar e dissolver as partículas do precursor, gerando um material único e homogêneo. Comumente são usados como ativadores, soluções de hidróxidos, silicatos, carbonatos ou sulfatos alcalinos.

Segundo Provis et al. (2009),

O principal sentido da sintetização de geopolímeros é combinar uma solução alcalina com um reativo pó, rico em aluminossilicatos, em particular metacaulim (argila de caulim calcinada) ou cinza volante (subproduto da combustão de carvão mineral). Os resultados nesta formação são uma forma desordenada em gel álcali-aluminossilicato conhecida como pasta geopolimérica. A estrutura fundamental da pasta é uma rede tridimensional de aluminatos e silicatos tetraédricos, balanceados pelos cátions alcalinos metálicos providos pela solução ativadora.

Existem diferentes modelos que explicam a geopolimerização, sendo muitas delas ainda discutidas, o modelo de Glukhosvky, proposto em 1959, é o mais utilizado até hoje. Na Figura 4, elaborada por Duxson (2006), o modelo é explicado de maneira simplificada dividindo-o em três etapas principais: dissolução-coagulação; coagulação-condensação; condensação-cristalização.

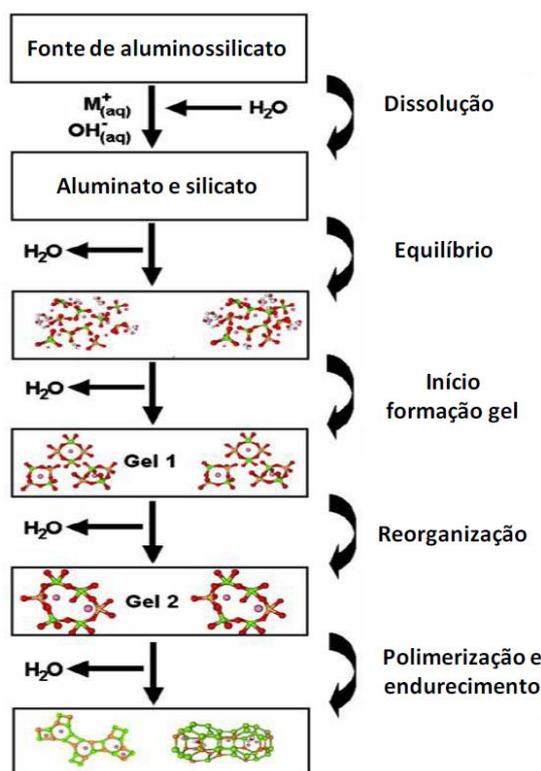


Figura 4: Modelo simplificado de Glukhosvky

(Fonte: Duxson (2007) adaptado por Longhi (2015))

A Figura 4 descreve os principais processos que ocorrem na transformação de uma fonte de aluminossilicatos em um aluminossilicato alcalino sintético. Deve ser atentado que a necessidade de uma granulometria correta ou tratamento, como calcinação, não foi apresentado na figura, com o propósito de explicar o processo de maneira simples. Na etapa de dissolução, dependendo das características específicas da superfície do sólido e do grau de saturação da fase líquida do ativador, o aluminossilicatos amorfos serão rapidamente dissolvidos quando a mistura possuir pHs elevados e criará uma solução supersaturada de aluminossilicatos (FERNANDEZ; DEVENTER, 2007). Nesta solução a presença supersaturada de aluminossilicatos resultará na formação de um gel, na figura 4 esta é a etapa de Gel 1, o principal produto formado é o (N,K)-A-S-H¹ que se apresenta-se de forma desordenada com curto alcance, baixa cristalinidade e elevado grau de reticulação para posterior formação de estruturas tridimensionais, o Gel 2 (GARTNER; MACPHEE, 2011). Esse tipo de estrutura gelificada é comumente referida como bifásica,

¹S=SiO₂, H=H₂O, N=Na₂O, K=K₂O, A=Al₂O₃

com o ligante rico em aluminossilicato e água, formando duas fases. Depois da gelificação o sistema continua a se rearranjar e reorganizar, à medida que a conectividade da rede do gel aumenta, resultando na rede tridimensional de aluminossilicatos comumente atribuída aos geopolímeros (FERNANDES; DEVENTER, 2007). A figura 5 apresenta com mais detalhes a conectividade da rede de aluminossilicatos.

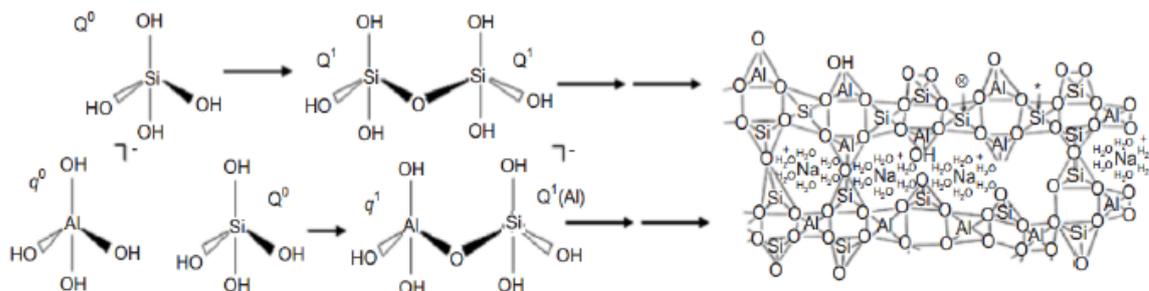


Figura 5: Representação esquemática da condensação de espécies de silicato e aluminato monomérico.

(Fonte: Sharp, Macphee e Gartner (2011))

Neste caso a polimerização e endurecimento da matriz só ocorrerá quando o gel formado for pequeno e completamente condensado, de modo que a porosidade vai demonstrar-se distribuída e uniforme (GARTNER; MACPHEE, 2011).

2.3 FATORES E RELAÇÕES IMPORTANTES NA GEOPOLIMERIZAÇÃO

Afim de proporcionar uma dosagem padrão e coerente para experimentos, algumas relações e fatores são determinantes para obter-se um material com determinadas características e com as condições de cura desejáveis. Dada a importância da química neste sistema, algumas das principais relações usadas são entre os óxidos, sendo essas representadas sempre na forma molar. Estão entre as principais relações a proporção de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, que relaciona os dois principais óxidos do precursor e ainda pode ter adicionado à equação o silicato proveniente do ativador. A relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ é importante para determinar a resistência mecânica e resistência ao fogo visto que influenciam diretamente na porosidade da pasta (DUXSON et al., 2005). Duas proporções

importantes para a dosagem de ativadores em relação aos precursores são respectivamente M_2O/SiO_2 e M_2O/Al_2O_3 , sendo M referente ao álcali utilizado como ativador, normalmente sódio ou potássio. No entanto, nenhuma relação foi mais importante neste trabalho do que a relação entre SiO_2/Na_2O (à qual será chamada de M_s), pois além de ter sido usado silicato de sódio e hidróxido de sódio como ativadores, podendo relacionar e equilibrar o uso dos dois, esta proporção também está ligada ao precursor. Segundo Gao et al. (2014), ao utilizar metacaulim como precursor e ao ajustar o teor de SiO_2 com silicato de sódio, observou-se uma maior resistência mecânica para a relação de $M_s=0,75$, conseqüentemente notou-se uma menor quantidade de poros para esta proporção. De acordo com Vargas et al. (2011) é possível também, fazer uma correlação entre o valor de M_s e a resistência mecânica da pasta.

O fator **cura** é de veras importante em geopolímeros, principalmente quando é levado em consideração a temperatura e a umidade do ar no ambiente em que a pasta repousará. Tratando-se de temperatura, esta é importante, pois pode acelerar as reações de dissolução dos silicatos e aluminatos por seqüência acelerar a resistência mecânica (CHO et al., 2017), contudo, dependendo das características do precursor e ativadores, baixas temperaturas também podem impedir que as reações aconteçam. Conforme indica a pesquisa de Cho et al. (2017) a resistência à compressão de pastas feitas com cinza volante e curadas com temperatura de 100°C obtiveram um aumento de 245,1% de resistência quando comparado à amostras iguais, porém sem cura térmica. Quanto à influência da umidade, Criado, Fernández-Jiménez e Palomo et al. (2010) ao compararem a cura de um sistema geopoliméricos produzido com cinza volante a 85°C em um ambiente com umidade superior a 90% e outro com 40-50%, o primeiro caso teve um aumento na resistência mecânica das pastas superior a 3 vezes. Observou-se também a produção de um material mais denso e compacto, onde o alto teor inicial de alumina ligou-se com a sílica, formando um material com boas propriedades mecânicas.

Assim como em sistemas com cimento Portland, a **água** também é determinante no desempenho de sistemas geopoliméricos, seja na ativação dos precursores, nas etapas de policondensação, no endurecimento e na porosidade resultando amostras mais resistentes ou não. Assim como teores muito reduzidos prejudicam a homogeneidade da mistura, teores elevados tendem a formar cristais maiores, o que implica numa queda da resistência mecânica do material (BOCA SANTA, 2012) a água, neste caso, atua como transporte dos ativadores até os precursores, sendo fundamental para o aumento da resistência

mecânica, contudo vai contra a ideia de “menos é mais” que normalmente funciona com o cimento Portland.

2.4 MATERIAIS

Conforme já foi dito neste trabalho, os materiais que formam sistemas geopoliméricos são divididos em dois: os precursores e os ativadores. O primeiro, consiste em materiais pulverulentos, com boa parte de sua constituição amorfa e ricos em aluminossilicatos, já a segunda parte consiste em uma solução aquosa, com alto pH, afim de dissolver o precursor, podendo ou não conter silicatos (PROVIS, J. L.; DEVENTER VAN, J. S. J., 2009), que por sua vez irá trazer qualidades benéficas para a mistura, tanto em sua resistência mecânica, quanto em resistência ao calor (PROVIS et al., 2005).

2.4.1 Precursores

Dentre os diversos precursores possíveis e mais comuns utilizados estão a escória de alto forno, cinza volante e o metacaulim, sendo este último o foco deste trabalho, o qual será discutido a seguir.

2.4.1.1 Metacaulim

Ao tratar-se de química, provavelmente o sistema mais simples ao qual geopolímeros são formados é o precursor de metacaulim álcali ativado com hidróxidos e silicatos (PROVIS et al., 2009). De fato, foram a esses materiais que inicialmente o termo “geopolímero” foi aplicado por Davidovits (1982, 1991, 2008), com o emprego desta designação mais ampla nos anos seguintes. Além de servir como precursor em sistemas geopoliméricos, o metacaulim também é usado como adição em sistemas onde se usa o cimento Portland como ligante. O primeiro estudo científico detalhado da álcali ativação do metacaulim foi publicada por Palomo e Glasser (1992) e as pesquisas tem se intensificado desde então, visto que o valor desse sistema como um modelo para alguns aspectos químicos é mais complexo do que sistemas geopoliméricos com outros precursores.

A principal desvantagem da geopolimerização do metacaulim em larga escala é a grande área de superfície da partícula, geralmente em formato de floco, conforme a figura 6 demonstra. Devido a este formato a quantidade de água demandada para que a reação do metacaulim aconteça é muito grande. Isso por sua vez causa problemas resultando na retração da pasta por secagem e inclusive rupturas. Adicional a isso, o uso em excesso de

qualquer solução alcalina pode levar à problemas com eflorescências, que é mais proeminente em geopolímeros de metacaulim do que em geopolímeros de cinza volante devido à maior quantidade de sais solúveis nestes materiais (PROVIS et al., 2009).

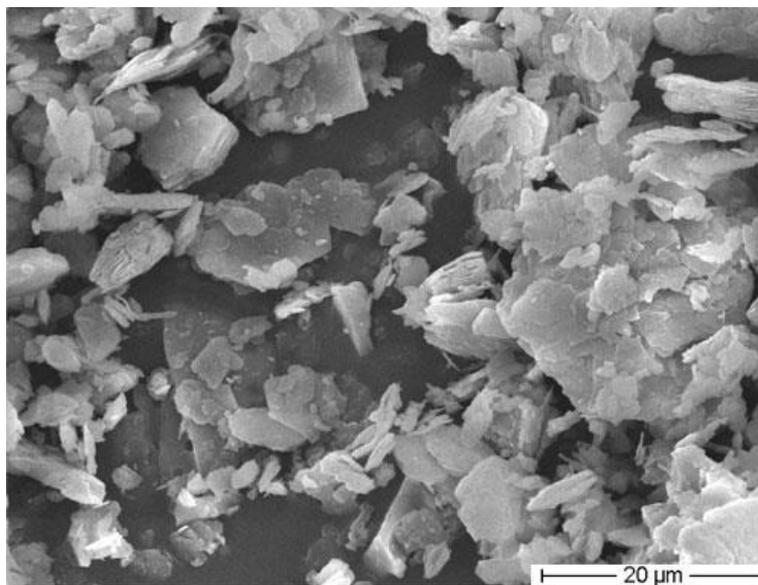


Figura 6: Microestrutura do metacaulim

(Fonte: Metapor (2017))

O metacaulim é um material complexo oriundo da calcinação de caulim, um tipo de argila, geralmente em temperaturas entre 500 e 800°C. Longhi (2015) calcinou o caulim em laboratório por 1 hora na temperatura de 750°C, logo em seguida, afim de aumentar o número de partículas amorfas, um choque térmico foi dado trazendo o metacaulim imediatamente para a temperatura ambiente.

O processo de geopolimerização do metacaulim tem sido estudado por uma grande variedade de experimentos e técnicas de modelagem ao longo das últimas três décadas, contudo, o processo pode ser resumido da seguinte maneira:

- 1 – a solução alcalina ataca a estrutura do metacaulim dissolvendo os silicatos e aluminatos (DUXSON et al., 2005). Foi proposto por Weng e Sagoe-Crentsil (2007) que a dissolução dos aluminatos é mais rápida que dos silicatos podendo ser racionalizada considerando a tensão da rede adicional das camadas de aluminato, comparado com as camadas de silicato;

2 - interações entre pequenas partes dissolvidas, e inclusive envolvendo qualquer silicato inicialmente fornecido pela solução ativadora, leva à formação de oligômeros de aluminossilicatos;

3 – a dissolução continua até o ponto em que a concentração de aluminato dissolvido é suficientemente grande para desestabilizar a solução de silicatos, e a precipitação dos aluminossilicatos dissolvidos, começando a formar um gel.

4 – o gel geopoliméricos cresce à ponto da pasta reagente solidificar. O tempo para esta solidificação depende de quão amorfo o metacaulim é, a temperatura de cura e a relação Ms da mistura. Esta configuração pode solidificar quase que instantaneamente, ou levar dias, dependendo somente da dosagem da mistura e das condições de cura do ambiente.

Após esses quatro passos a geopolimerização do metacaulim está concluída, uma massa homogênea e sólida, que pode ultrapassar 70 Mpa resistência mecânica à compressão (LONGHI, 2015).

2.4.2 Ativadores

2.4.2.1 Hidróxido de Sódio (NaOH)

Os álcali-hidróxidos mais usados comumente como ativadores na sintetização de geopolímeros são os de sódio (NaOH) e potássio (KOH). Para mais informações os trabalhos de Provis et al. (2009), Ingram, Baza e Garci (2002), Bordar et al. (2011) e Aydin e Baradan (2014) podem ser consultados. Apesar do alto nível de corrosividade, as propriedades consideradas mais importantes dos hidróxidos são sua viscosidade e seu calor de dissolução (PROVIS et al., 2009).

As propriedades termodinâmicas das soluções de NaOH têm sido analisadas e modeladas nas últimas décadas por Pabalan e Pitzer (1987) e por Simonson et al. (1989). O NaOH é o hidróxido ativador mais comumente usado na sintetização geopolimérica, sendo tanto o mais acessível como o mais amplamente disponível dos hidróxidos alcalinos. O hidróxido de sódio é utilizado como ativador na sintetização de geopolímeros, tanto em precursores de cinza volante, como de metacaulim. Este material é bem difundido devido seu baixo custo, larga acessibilidade e baixa viscosidade. Contudo, sua natureza altamente

corrosiva, significa que equipamentos especiais para o processamento em larga escala devem ser requeridos. por esse motivo, em alguns casos, é preferível a ativação por silicatos. Todavia, Longhi (2015) reportou resultados positivos quando a mistura de ambos foi utilizada em sistemas com metacaulim.

O uso de hidróxido de sódio como ativador em geopolímeros é bem conhecida por levar à formação de zeólita Na-A pela ativação do metacaulim sob suave tratamento térmico, verificando-se que a reação prossegue devido a formação de uma fase de gel intermediária (PROVIS et al., 2005). Quando comparado com o hidróxido de potássio, o hidróxido de sódio demonstra que possui uma melhor capacidade de liberar monômeros de silicatos e aluminatos (FERNA; DEVENTER, 2007). É provável que a diferença de tamanho dos íons seja o fator determinante na cinética das reações devido à tendência do potássio em favorecer a formação de maiores oligômeros de silicatos, e isso aumenta significativamente o seu papel quando soluções com mais silicato são usadas. Também foi observado que os cátions do sódio têm melhor capacidade de formação de zeólitas na geopolimerização, possivelmente devido à seus cátions serem menores que os íons do potássio e por consequência mais capazes de migrar pela rede úmida do gel, ou eventualmente devido sua maior densidade de carga. Isso corresponde à grande tendência de o sódio formar zeólitos em uma síntese normal comparado com outros álcali cátions.

2.4.2.2 Silicato de Sódio ($\text{Na}_2\text{SiO}_3\text{nH}_2\text{O}$)

A química (aquosa e sólida) da sílica é provavelmente a mais complexa da tabela periódica, perdendo talvez para o carbono, e como tal é relativamente mal compreendida de um ponto de vista fundamental. Em concentradas soluções alcalinas, a sílica polimeriza em uma variedade de pequenas espécies, as identidades e estruturas de várias delas somente nos dias de hoje estão sendo resolvidas (PROVIS et. al, 2009). Contudo, é bem sabido que a variação da proporção entre $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ modifica significativamente o grau de polimerização das espécies dissolvidas em uma solução de silicato alcalino e que isso tem um papel determinante na estrutura e propriedades da sintetização do gel na geopolimerização (FERNA; DEVENTER, 2007). Para facilitar o entendimento de como ocorre a geopolimerização do hidróxido e do silicato, um modelo de dissolução e formação da fase hidratada é proposto na Figura 7 com base no estudo realizado por Lloyd et. al (2009). Neste caso foi feito uma análise dos ativadores usando como precursor a cinza volante. Nota-se que na ativação com hidróxido existe um período intermediário

em que as partículas precisam iniciar a dissolução para que ocorram posteriores ligações. Já para o silicato, a sílica apresenta-se em estado dissolvido com algumas moléculas de silício prontas para fazer ligações e com isso o aumento da resistência mecânica é conquistado mais rapidamente.

Segundo Zhang et. al (2012) e Zhang et. al (2013) a relação Na/Al representa maior influência do desenvolvimento das reações na sintetização dos geopolímeros do que a temperatura e a relação Si/Al. Também segundo Duxson et. al (2005), foi possível notar menor porosidade nas misturas endurecidas e por consequência, maior resistência mecânica em proporção de Si/Al de 1,65 quando comparado com outra amostra com 1,4, levando a crer de que há uma proporção ideal de silicato uma vez que a amostra com fator 2,15 tem resultados inferiores em respeito à resistência mecânica.

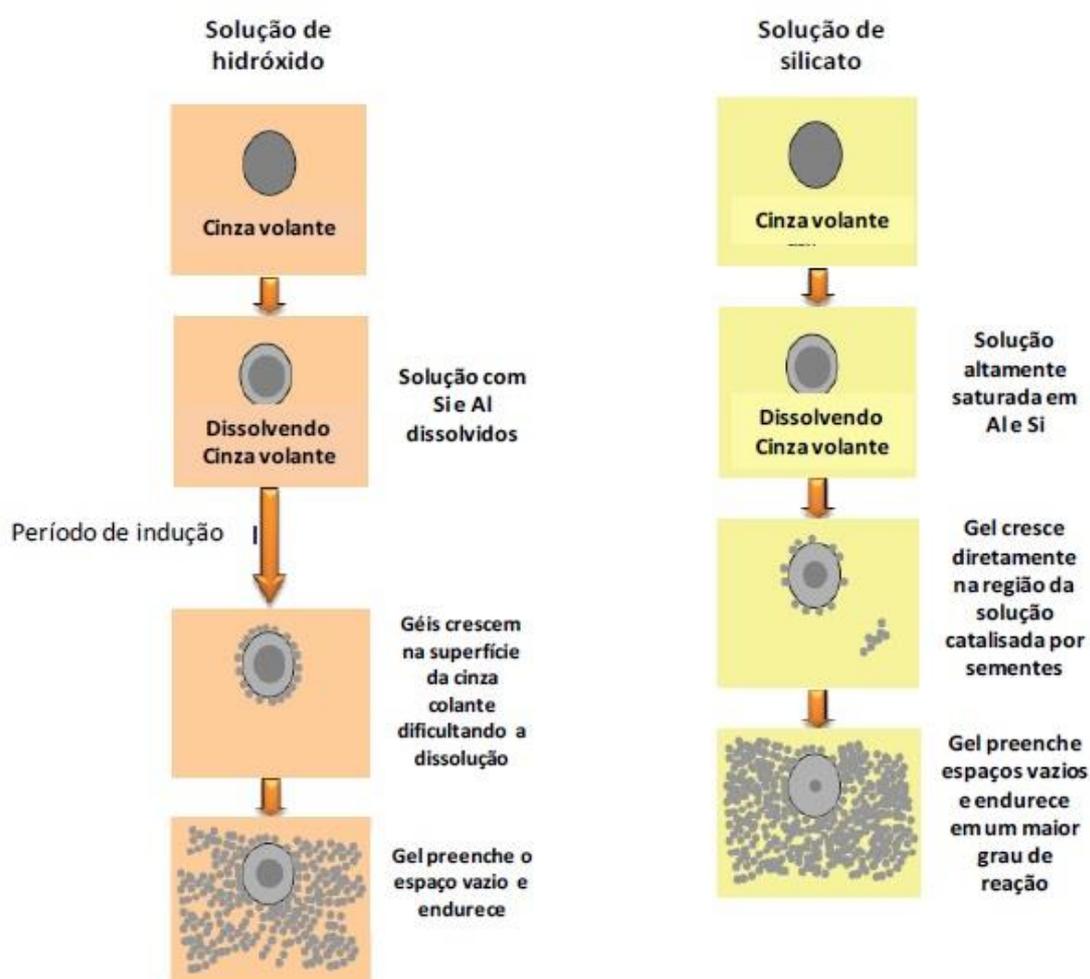


Figura 7: Processo de ativação com hidróxido e silicato de sódio

(Fonte: Adaptado por Longhi (2015))

2.5 DURABILIDADE

A durabilidade de sistemas geopoliméricos quando comparado à sistemas com cimento Portland pode ser considerada superior, visto suas boas características à resistência de ataques de ácidos e sulfatos (ALBITAR; ALI; et al., 2017), sendo considerado como um cimento anticorrosivo em condições agressivas (ZHANG et al., 2016). Outro aspecto que tende a aumentar sua durabilidade é a boa proteção das armaduras quando o geopolímero é usado como concreto armado (ALBITAR; VISINTIN; et al., 2017). Na proteção das armaduras, o geopolímero difere-se do cimento Portland pela sua melhor adesão e também pela resistência à ataques químicos. No que tange a durabilidade da superfície e a integridade física dos geopolímeros, o aparecimento de eflorescências, que ocorre preferencialmente em alguns sistemas, é a vulnerabilidade que torna os geopolímeros desfavoráveis a serem aplicados como produto comercial quando comparado ao cimento Portland.

2.6 FENÔMENO DA EFLORESCÊNCIA

No concreto, o papel da água é de suma importância, pois é um ingrediente necessário para a hidratação do cimento e um agente facilitador para a mistura dos seus componentes, desde o início a água está presente. Gradualmente, dependendo das condições do ambiente e das características dos componentes do concreto, a maior parte da água (a água dos capilares e parte da água absorvida) é perdida, deixando poros vazios e não saturados. Esta água evaporada é responsável pela permeabilidade do concreto, logo, sistemas com maior relação água/cimento terão maior permeabilidade, enquanto sistemas com menor relação água/cimento terão menor permeabilidade (NEVILLE A. M.; BROOKS J. J., 2013).

A permeabilidade do concreto permite que a água entre e saia com maior facilidade, solubilizando os sais remanescentes da reação. Após a solubilização dos sais não reagentes e também da lixiviação interna a água tende a evaporar, cristalizando os sais que constavam na solução, esta cristalização pode ocorrer interna e externamente. Segundo Mehta e Monteiro (2008), o tamanho do dano que as cristalizações podem causar depende em onde a mesma ocorre, que por sua vez, é determinado pelo balanço dinâmico entre a evaporação da água exposta na superfície do material e a quantidade de sal fornecida na solução. Quando a evaporação da água é menor do que o fornecimento de água do interior do material, a cristalização do sal é externa e desta forma, não causa

nenhum dano. Em contrapartida quando a migração de solução salina entre os poros interconectados é mais lenta do que reabastecimento, a evaporação ocorre substancialmente abaixo da superfície do material. A cristalização dos sais sob essas circunstâncias pode resultar em suficiente expansão para causar fissuração ou lascamento do material.

A eflorescência geralmente não é prejudicial, entretanto, uma lixiviação excessiva aumentará a porosidade, de modo que o material se torna progressivamente mais fraco e mais propenso à ataques químicos. Além da relação água/ligante, a eflorescência que ocorre em um concreto poroso próximo a superfície também pode ser causada pelo tipo de fôrma, bem como pelo grau de adensamento (NEVILLE A. M.; BROOKS J. J., 2013). Ocorre com maior frequência quando um período de tempo frio e úmido é seguido por um período quente e seco. Naturalmente a eflorescência também pode ocorrer devido ao uso de agregados de origem marinha não lavados (NEVILLE A. M.; BROOKS J. J., 2013).

2.7 EFLORESCÊNCIA EM GEOPOLÍMEROS

Eflorescências são um importante problema no desenvolvimento de ligantes álcali ativados ou geopolímeros. Casos mais severos desta manifestação patológica podem inclusive colocar a solidez e a integridade estrutural deste material em risco. A figura 8, ajuda a entender como surgem as eflorescências. Após a cura ter sido completa, parte dos sais, seja nos ativadores, seja nos precursores, permanece inerte, sem reagir, com a entrada de água externa pelos capilares, ou mesmo a água remanescente da mistura original, estes sais são solubilizados pela água. A água por sua vez ao chegar à superfície, evapora deixando para trás os sais em formato sólido.

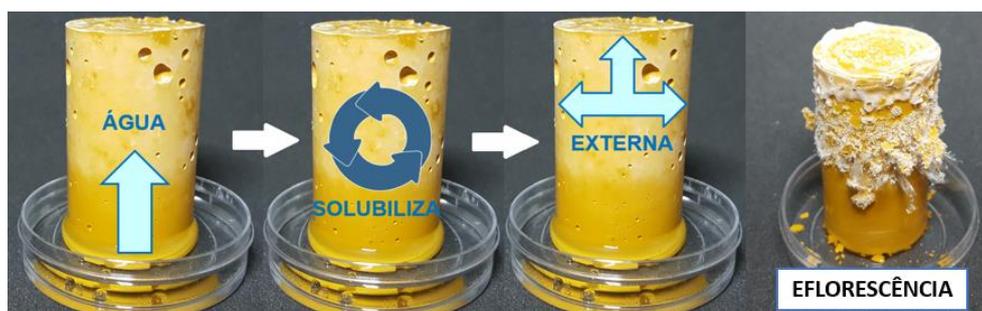
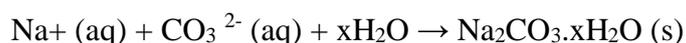
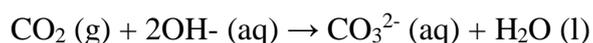


Figura 8: Processo de surgimento de eflorescências

(Fonte: Elaborado pelo autor)

As eflorescências não acontecem somente nos geopolímeros, contudo trata-se de um dos problemas mais graves ao tratar-se de sistemas geopoliméricos ativados por hidróxidos e silicatos de sódio, principalmente quando combinados com o precursor metacaulim. Isso se deve à microestrutura do metacaulim exigir mais água para reagir, por consequência demandando mais hidróxido e silicato de sódio à mistura (PROVIS et. al, 2009), e assim aumentando a concentração de álcalis no sistema.

A tendência quanto a eflorescência em geopolímeros se dá devido a microestrutura aberta e porosa de materiais que possuem uma menor extensão de reação, parcialmente devido à alta concentração de álcalis, como o sódio e em contrapartida ligantes com fraca reatividade (e permutabilidade) do sódio na estrutura de geopolímeros. Os sistemas geopoliméricos usando sódio como ativador tem maior chance em sofrer com eflorescências, principalmente aqueles sintetizados com alto índice de $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$. A temperatura e umidade relativa do ar influenciam na quantidade de água que entra e sai do produto, afetando também na cristalização de sais (AIN et al., 2016), o mecanismo de formação de eflorescências, neste caso, pode ser representado empiricamente pela equação:



Sob condições naturais de carbonatação, o CO_2 dissolvido age como um ácido, consome os hidróxidos e conseqüentemente neutraliza parcialmente o processo. O fator principal para a formação de eflorescências na síntese dos geopolímeros é devido à disponibilidade de Na^+ e OH^- nos ligantes geopoliméricos (AIN et al., 2016). Há também uma correlação entre misturas mais ricas, com maior resistência à compressão e uma quantidade maior de álcalis livres, gerando maior formação de eflorescências (ALLAHVERDI et al., 2017). Geralmente, três tipos de álcalis são encontrados nos cimentos geopoliméricos: os álcalis existentes nos materiais pré-reação (álcalis iniciais), os álcalis consumidos nas reações de geopolimerização (álcalis reagentes) e os álcalis remanescentes não reagidos na estrutura (álcalis livres), dentre os quais os álcalis reagentes e livres tem relação direta com as propriedades mecânicas e potenciais para a formação de eflorescências nos geopolímeros (ALLAHVERDI et al., 2017).

Algumas tentativas para reduzir as eflorescências tem sido feitas usando hidróxido de potássio ao invés de hidróxido de sódio como ativador, porque o potássio tem ligações mais fortes com a estrutura do gel alumino silicato, e também porque os cristais da carbonatação do potássio são usualmente menos visualmente evidentes que sua contrapartida em sódio (NAJAFI et al., 2012).

2.8 LACUNAS DE CONHECIMENTO

Não obstante o aumento significativo de pesquisas realizadas pelo mundo, no que tange o meio de cimentos álcali ativados e geopolímeros, algumas questões permanecem sem respostas. Dentre os quais, evidenciam-se uma melhor compreensão sobre os processos de geopolimerização e seus produtos formados a partir de diferentes precursores e diferentes ativadores.

Perante o assunto tratado neste trabalho, ainda pouco se sabe sobre eflorescências nos geopolímeros, principalmente quando se tem foco no precursor metacaulim, que tende a ser o mais problemático dentre os três mais estudados e usados (cinza volante, metacaulim e escória de alto forno) (PROVIS et. al, 2009). Além do entendimento sobre a formação de eflorescências, uma questão importante a ser estudada é também como mitigar seus danos, visto a importância que a questão tem para viabilizar este material como produto.

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Neste capítulo estão apresentados a estrutura do programa experimental, os materiais utilizados, duas dosagens diferentes, técnicas e procedimentos experimentais adotados na pesquisa.

Inicialmente foi definido o traço das pastas a partir de um ensaio de resistência à compressão usando metacaulim preparado em laboratório (CC). A partir dos resultados obtidos por Longhi (2015) duas dosagens diferentes de ativador foram testadas, sendo uma amostra com alta relação de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ e outra com baixa relação, em outras palavras, uma mistura com $M_s=1,0$ e outra com $M_s=0,5$.

Com os resultados das pastas em mãos, foram feitas amostras com três areias diferentes, somente com $M_s=1,0$, descritas no capítulo 3.2.3 e repetido o ensaio de resistência à compressão, sendo dado então, sequência ao programa experimental. Foram definidas as amostras às quais foram feitos os ensaios (Figura 9).

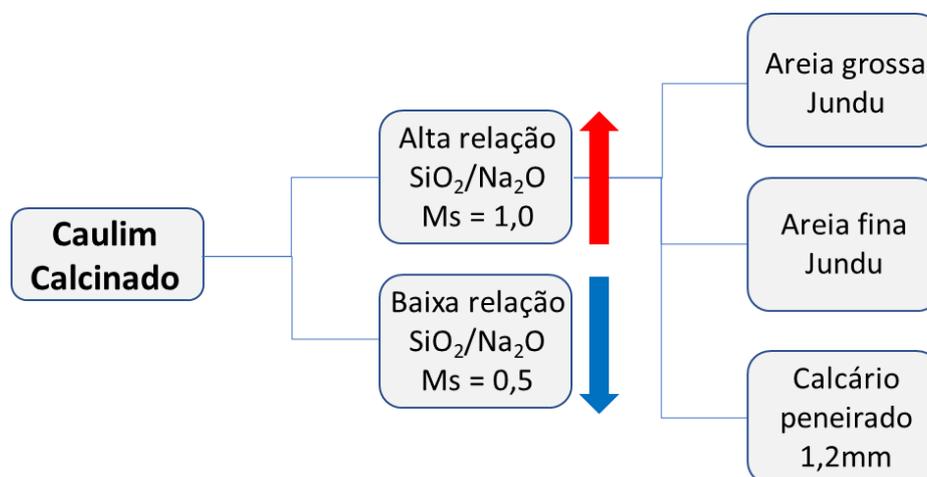


Figura 9: Planejamento das amostras de teste piloto

(Fonte: Elaborado pelo autor)

Com um proporcionamento fixo de água e agregados, foi alternado o ligante das amostras tendo sido utilizado dois tipos de metacaulim nos sistemas geopoliméricos, um metacaulim comercial (MKC) e o outro preparado em laboratório (CC), e cimento Portland branco (CPB) para a argamassa convencional referência. O uso de cimento Portland serve como comparativo, sendo que a escolha do cimento branco deve-se à similaridade estética (figura 10).

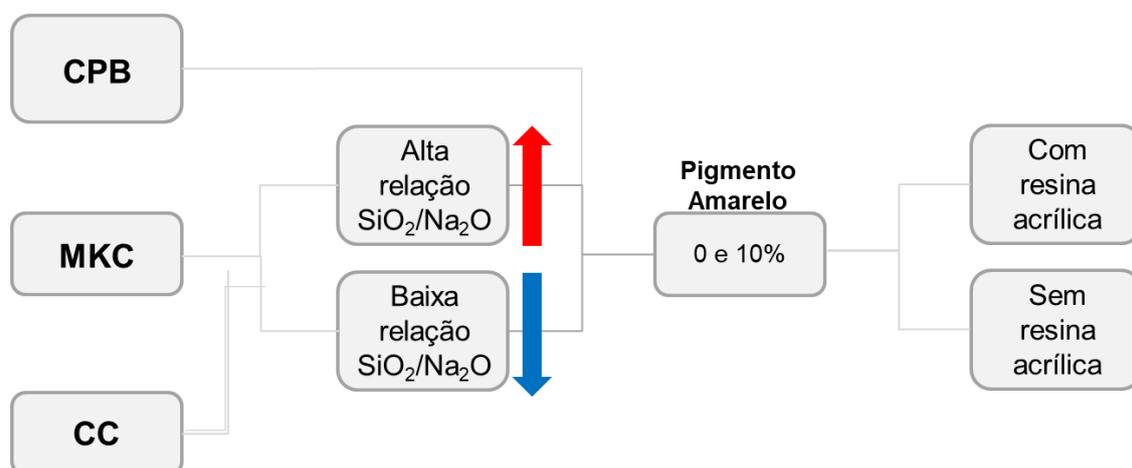


Figura 10: Planejamento das amostras da pesquisa

(Fonte: Elaborado pelo autor)

Para os sistemas geopoliméricos com argamassa, foram utilizadas as mesmas duas dosagens de ativadores no teste das pastas. Conforme a figura 10 indica, além das amostras sem nenhuma pigmentação, também foi programado amostras com 10% de massa de pigmento amarelo em relação à massa do ligante. Por fim, somente para o ensaio de capilaridade, foi avaliado o revestimento dos corpos de prova em resina acrílica, afim de comparar amostras com e sem este revestimento.

Foram realizados os ensaios de resistência à compressão, resistência à flexão e ensaio de capilaridade, afim de avaliar a susceptibilidade de eflorescências nos corpos de prova e relacionar analogamente as resistências mecânicas dos corpos de prova com a redução de eflorescências.

3.1 VARIÁVEIS FIXAS

Com o objetivo de uniformizar as amostras, alguns parâmetros foram fixados, a fim de impedir que houvesse interferência no que realmente planejava-se estudar. Nas dosagens, os itens fixos foram:

- a) relação água/ligante = 0,60;
- b) relação ligante/agregado miúdo = 1:2,5;
- c) uso somente de areia calcária como agregado miúdo;
- d) todos os corpos de prova foram curados à temperatura (25°C) e umidades (~99%) controlados.

Além dos fatores fixos às dosagens, houveram fatores fixados aos seus respectivos ensaios e materiais usados, estes detalhes estão discutidos nos itens 4.2 e 4.3.

3.2 MATERIAIS UTILIZADOS

Neste trabalho foram usados materiais prontos de fábrica e também materiais preparados em laboratório, os quais são detalhados a seguir.

3.2.1 Metacaulim

Foram avaliados dois tipos diferentes de metacaulim, um comercial vendido pronto para o uso na construção civil, e um metacaulim produzido em laboratório por meio da calcinação de argila caulínica.

3.2.1.1 Metacaulim comercial (MKC)

Este metacaulim, comercializado para uso de adição em concretos e argamassas de cimento Portland, o mesmo é beneficiado e embalado no Brasil e tem sua origem de Ijaci – MG. A análise química do metacaulim comercial apresentada na tabela 1, tem os resultados representados em % de óxidos, base calcinada, normalizados a 100%.

SiO ₂	51,57
Al ₂ O ₃	40,5
Fe ₂ O ₃	2,8
Na ₂ O	0,08
K ₂ O	0,18
Umidade	0,6
PF	2,62
Total	97,8
Equivalente alcalino	0,2
SiO ₂ +Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	94,87

Tabela 1: Resultados em % de óxidos da constituição química do metacaulim comercial

(Fonte: fornecedor (2017) adaptado pelo autor)

Verifica-se que o metacaulim comercial compõe-se principalmente de sílica e caolinita, caracterizando-se como um típico material reativo e de características pozolânicas conforme a tabela 2 aponta. A granulometria média das partículas do metacaulim

comercial é de 12,4 μ m, tem densidade de 2.650 kg/m³ e área de superfície específica de 327.000 cm²/g.

Nome do composto	Fórmula Química	Nome do Mineral
Sílica	SiO ₂	Quartzo
Caolinita	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	Caolinita
Flogopita	KMg ₃ Si ₃ AlO ₁₀ (F,OH) ₂	Flogopita
Hematita	Fe ₂ O ₃	Hematita
Ilmenita	FeTiO ₃	Ilmenita

Tabela 2: Análise por difratometria de raios-x do metacaulim comercial.

(Fonte: fornecedor (2017) adaptado pelo autor)

3.2.1.2 Metacaulim preparado em laboratório (CC)

A argila caulínica (caulim) utilizada para produzir metacaulim em laboratório, usado neste trabalho tem origem de Pantano Grande – RS e é empregado na agricultura. O ensaio de granulometria à laser da argila caulínica indicou uma granulometria média de 6 μ m, o que se tratando de um material bruto, dispensou qualquer tipo de pulverização em moinho ou separação de material por peneiramento, mais informações encontram-se no anexo 1. Baseado no trabalho de Longhi (2015), optou-se pela calcinação do material por 1 hora na temperatura controlada de 750°C em mufla com cadinhos de alumina. Ao término de 1 hora, a porta da mufla foi completamente aberta afim de realizar um choque térmico e aumentar a porção de material amorfo no caulim calcinado. O tratamento térmico modifica a forma cristalina do caulim devido à perda de água quimicamente adsorvida. Após o metacaulim ser produzido, foi feita granulometria laser obtendo-se um tamanho médio de partícula de 6,69 μ m e um D[90] de 14,65 μ m.

A tabela 3 apresenta os resultados representados em % de óxidos, base calcinada, normalizados a 100%. Apesar da semelhança com o metacaulim comercial, o caulim de Pantano Grande teve quatro vezes mais perda ao fogo, indicando provável presença de matéria orgânica.

SiO ₂	50,79
Al ₂ O ₃	36,5
Fe ₂ O ₃	0,77
CaO	0,01
MgO	0,28
TiO ₂	0,06
Na ₂ O	0,06
K ₂ O	1,48
PF	10,05
SiO ₂ +Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	88,06

Tabela 3: Resultados em % de óxidos da constituição química do caulim calcinado

(Fonte: fornecedor (2017) adaptado pelo autor)

Desta forma, na figura 11 é possível notar a diferença entre o metacaulim comercial e o caulim calcinado, tendo o primeiro até quatro vezes maior concentração de Fe₂O₃ e a hematita tendo forte cor avermelhada, demonstra ser mais rosado enquanto o caulim calcinado aparenta ter cor mais clara.



Figura 11: Fotos do metacaulim comercial e calcinado em laboratório

3.2.2 Ativadores

Além dos dois precursores, foram avaliados dois ativadores para a produção das misturas geopoliméricas.

3.2.2.1 Silicato de sódio comercial

Utilizou-se um silicato de sódio comercial líquido/viscoso intitulado Silicato de Sódio Alc. C-112 da marca Fama-Química composto por 15,01% de Na_2O , 32,59 de SiO_2 e 52,7 de H_2O e com densidade de 1,58 g/ml.

3.2.2.2 Hidróxido de sódio (NaOH)

O hidróxido de sódio utilizado foi o da marca Nuclear P.A. com 99% de pureza. Para melhor diluição em água, foi usado o hidróxido de sódio perolado na forma sólida.

3.2.3 Agregados

Foram testadas três areias: areia fina e areia grossa, ambas com origem de Jundiá-SP, adquiridas junto à empresa Mineração Jundu Ltda. As areias de Jundu possuem massa específica de 2,631g/cm³. Também foi utilizada uma areia de origem calcária obtida na indústria da construção civil de Porto Alegre, peneirado com diâmetro mínimo de 1,2mm e massa específica de 1,838g/m³.

3.2.4 Pigmento

Optou-se por adicionar pigmento amarelo em parte das amostras, para observar sua influência na resistência mecânica das argamassas e a influência na susceptibilidade de eflorescências. Neste trabalho, foi utilizado o pigmento Lanxess BAYFERROX® 943, um pigmento amarelo de óxido de ferro.

3.2.5 Resina acrílica

Devido à sua propriedade impermeabilizante a resina acrílica foi usada com intensão de impedir que a água entrasse ou saísse do corpo de prova, evitando a formação de eflorescência. Neste trabalho foi usado o produto Eucatex Resina Acrílica Premium, que tem função de impermeabilizar concreto aparente, fibrocimento, telhas de barro, entre outros, tem em sua composição resina acrílica a base de monômero de estireno e solventes aromático e alifáticos.

3.3 MÉTODOS

Neste item estão descritos os métodos de dosagem, mistura e ensaios das argamassas do programa experimental.

3.3.1 Método de dosagem

Na etapa de dosagem foi realizado a pesagem dos materiais em uma balança com precisão de 0,1g, todos os materiais foram pesados e reservados separados, com exceção dos ativadores, pois ao se misturarem, estes liberam calor podendo assim, gerar pega instantânea quando misturados ao precursor.

Inicialmente foi desenvolvido um teste piloto, avaliando duas dosagens de pasta, para definir qual seria mais adequado para o desenvolvimento da pesquisa. A tabela 4 apresenta o traço usado nas pastas. Com o traço da amostra número 2 e relação a/c de 0,50, foi realizado teste piloto dos três tipos diferentes de agregado miúdo descritos no item 3.2.3.

N° da Amostra	Aglomerante	Massa Aglomerante	Pigmento	A/C	NaOH	SS	Ms
1 - ↑CC	Caulim Calcinado PG	100	0	0,45	14,3	59,4	1,0
2 - ↓CC	Caulim Calcinado PG	100	0	0,45	20,1	29,7	0,5

Tabela 4: Dosagem das pastas de teste piloto.

Com pasta e agregado definidos, foi possível moldar as 10 dosagens principais do programa experimental, com apenas uma ressalva, a relação água/ligante foi aumentada para 0,6 devido à decisão de não usar aditivos plastificantes para a amostra com cimento Portland branco. A tabela 5 apresenta a proporção de todas as amostras, usando como base 900 gramas de precursor. Nota-se que as amostras 3, 4, 7 e 8 referem-se à sistemas geopoliméricos com Ms=1,0 e respectivamente e as amostras 5, 6, 9 e 10 referem-se à sistemas geopoliméricos com Ms=0,5.

N° da Amostra	Aglomerante	Massa Aglomerante	Areia Calcária	Pigmento	Água	A/C	NaOH	SS
1 - CPB	Cimento Branco	900	2250	0	540	0,6	x	x
2 - CPB	Cimento Branco	900	2250	90	540	0,6	x	x
3 - ↑MKC	Metacaulim comercial	900	2250	0	425,7	0,6	128,7	534,6
4 - ↑MKC	Metacaulim comercial	900	2250	90	425,7	0,6	128,7	534,6
5 - ↓MKC	Metacaulim comercial	900	2250	0	523,8	0,6	180,9	267,3
6 - ↓MKC	Metacaulim comercial	900	2250	90	523,8	0,6	180,9	267,3
7 - ↑CC	Caulim Calcinado PG	900	2250	0	425,7	0,6	128,7	534,6
8 - ↑CC	Caulim Calcinado PG	900	2250	90	425,7	0,6	128,7	534,6
9 - ↓CC	Caulim Calcinado PG	900	2250	0	523,8	0,6	180,9	267,3
10 - ↓CC	Caulim Calcinado PG	900	2250	90	523,8	0,6	180,9	267,3

Tabela 5: Dosagem das dez amostras em gramas.

3.3.2 Método de mistura

A mistura das argamassas foi realizada em uma argamassadeira com capacidade de 5 litros e duas velocidades. Ao misturar as argamassas geopoliméricas os ativadores foram inseridos já misturados (hidróxido de sódio e silicato de sódio) e resfriados, e colocados na argamassadeira junto com o precursor com ou sem o pigmento, estes constituintes formam a pasta. Na mistura das argamassas de cimento Portland branco, a pasta foi formada somente por cimento Portland branco e água, com ou sem pigmento.

A mistura da pasta foi realizada por 1 minuto em velocidade lenta, em seguida foi adicionado o agregado permanecendo em velocidade lenta por mais um minuto, logo em seguida aumentou-se a velocidade da argamassadeira por mais um minuto e 30 segundos, por fim reduziu-se a velocidade novamente por mais 30 segundos (figura 12). Os tempos de mistura foram iguais para todas as amostras.

Após completa a mistura, os respectivos corpos de prova foram moldados, vibrados por 30 segundos e encaminhados para cura em temperatura e umidade controlados. Os corpos de prova foram cobertos com plástico filme ou tampa da própria forma.



Figura 12: Método de mistura das amostras

3.3.3 Métodos de ensaios

3.3.3.1 Resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão foi realizado para caracterizar mecanicamente os geopolímeros produzidos e poder comparar estes dados aos demais ensaios. Para este ensaio em pasta foram usados corpos de prova cúbicos com 2 cm de lado metodologia similar à utilizada por Costa (2013) em formas de acrílico. Segundo a NBR 7215 (1996), o método de ensaio para a determinação da resistência à compressão deve ser realizado com corpos de prova cilíndricos de 5 cm de diâmetro e 10 cm de altura para argamassa. Neste trabalho optou-se por realizar este ensaio nas idades de 1, 7 e 28 dias, conseqüentemente foram moldados 9 corpos de prova por mistura, totalizando 90 corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão em argamassa e 5 corpos de prova por idade para as misturas em pasta. Para a moldagem dos corpos de prova de argamassa, foram utilizadas formas metálicas. Para a ruptura o equipamento utilizado foi uma prensa EMIC DL 20000 (figura 16), com uma célula de carga acoplada de 200 kN com precisão de 1 N, e com um deslocamento de 0,5 mm/min. A preparação das amostras para a ruptura consistiu na retificação do seu topo e base, afim de que houvesse o contato pleno entre o corpo de prova e a prensa (figura 13).



Figura 13: Modelo da prensa utilizada nos ensaios de resistência mecânica à esquerda, corpo de prova retificado à direita

3.3.3.2 Resistência à flexão

O ensaio de resistência à flexão foi realizado baseado na NBR 13279, utilizando corpos de prova com dimensões de 4x4x16 cm. Os corpos de prova foram rompidos nas idades de 1 e 28 dias, tendo sido moldado 3 corpos de prova por idade, totalizando 60 corpos de prova moldados para este ensaio.

3.3.3.3 Ensaio de aceleração na formação de eflorescência

Para avaliar a susceptibilidade a eflorescências foram moldados corpos de prova cilíndricos de 2 cm de diâmetro por 6 cm de altura. As amostras foram moldadas em forma de acrílico com o intuito de diminuir a porosidade da superfície dos corpos de prova, tendo sido curados por 28 dias, tampados e em ambiente com temperatura e umidade controlados (figura 14). Após a cura, os corpos de prova foram desmoldados e em algumas amostras aplicou-se resina acrílica por imersão, afim de ocupar o máximo de vazios possível. Na figura 14 os corpos de prova à frente são as amostras revestidas por resina acrílica. No dia seguinte cada corpo de prova foi imerso em 10 ml de água, sendo esta repostada com 5 e 20 dias. Para avaliação dos resultados, fotos foram tiradas diariamente.

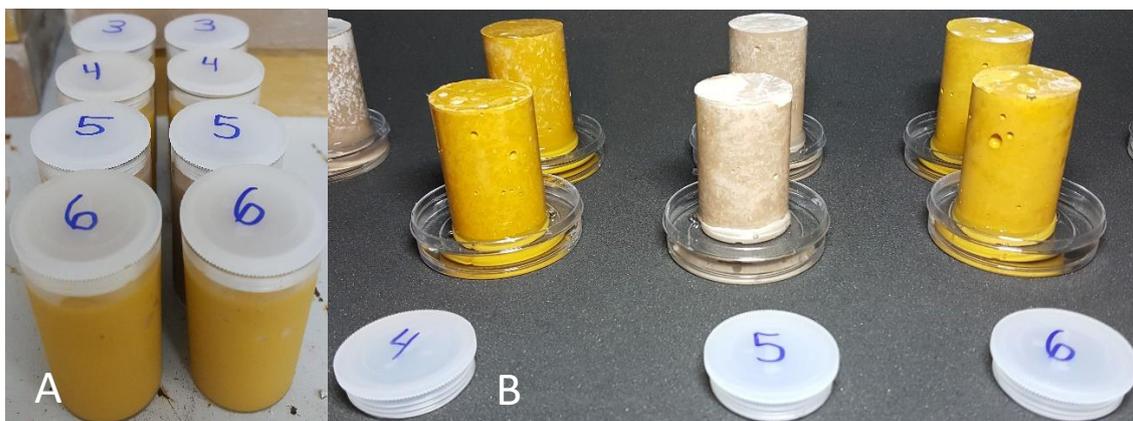


Figura 14: A - Corpos de prova em período de cura. B - Corpos de prova imersos em água à direita

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir são apresentados os resultados referentes aos ensaios de resistência à compressão, resistência à flexão e ensaio de aceleração na formação de eflorescências.

4.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

4.1.1 Resistência à compressão teste piloto

O resultado do ensaio de resistência à compressão do estudo piloto pode ser visto na figura 15.

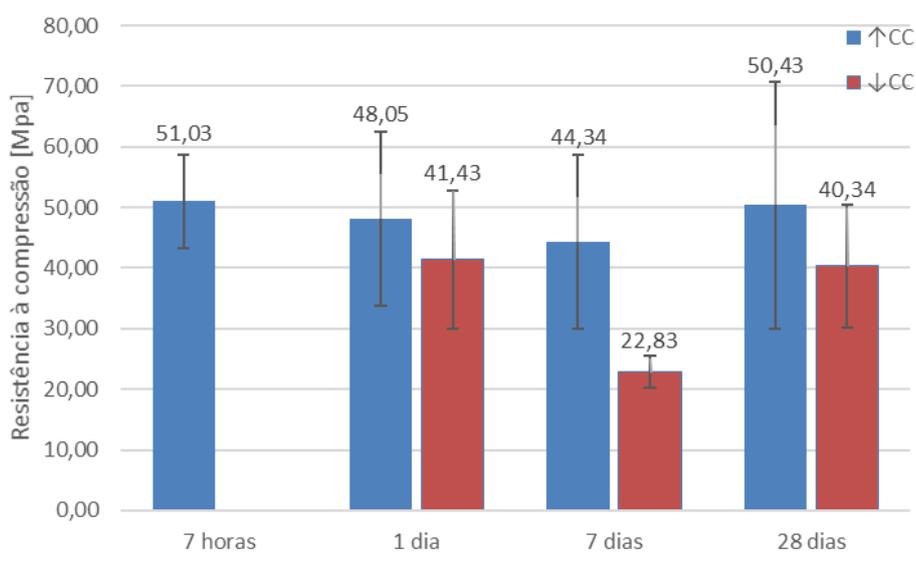


Figura 15: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão de pastas.

Nota-se que as amostras com maior relação SiO_2/NaOH , ou seja, $M_s=1,0$, obtiveram melhores resultados que as amostras com $M_s=0,5$, indicando a importância do silicato de sódio para a resistência do material. Além da maior resistência, também ficou claro a reação mais ágil com a adição de silicato de sódio, visto que foi possível inclusive romper com 7 horas de idade, enquanto as outras amostras sem silicato de sódio ainda não haviam endurecido.

Verificado que o traço $M_s=1,0$ teve maior resistência, a sequência do teste piloto foi feita com esta dosagem e assim foram testados os três tipos de areia. Os resultados do ensaio de resistência à compressão das amostras variando o tipo de areia são demonstrados na figura 16.

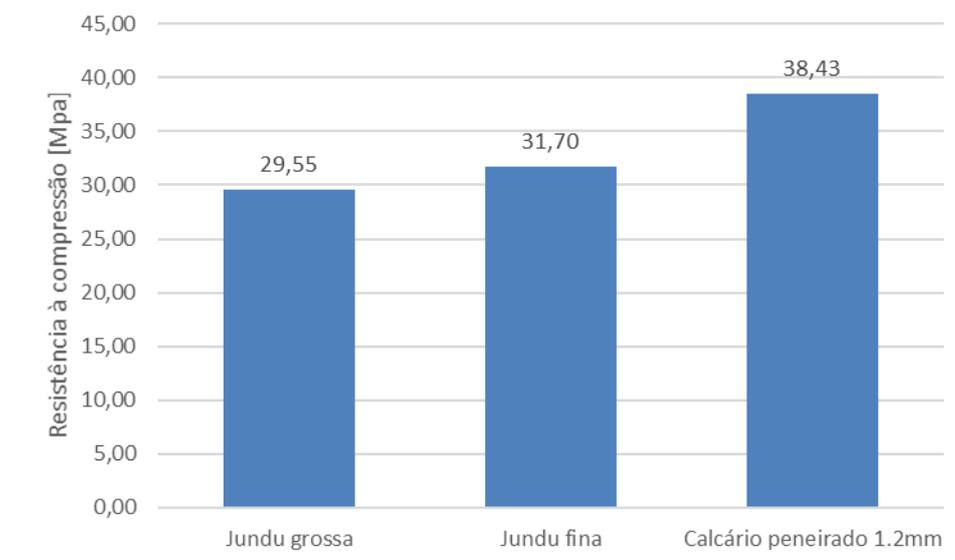


Figura 16: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão aos 7 dias para o teste de agregados.

Na figura 17, bem como maior resistência à compressão, sendo então, escolhido para dar seguimento ao estudo.



Figura 17: Corpos de prova cilíndricos com os três tipos de areia.

4.1.2 Resistência à compressão Programa Experimental

Após definido as dosagens das pastas e o tipo de areia a ser usado, o programa experimental pôde ser continuado. Na figura 18 são apresentados os valores médios da resistência à compressão dos corpos de prova com idades de 1, 7 e 28 dias respectivamente, moldados sem adição de pigmento.

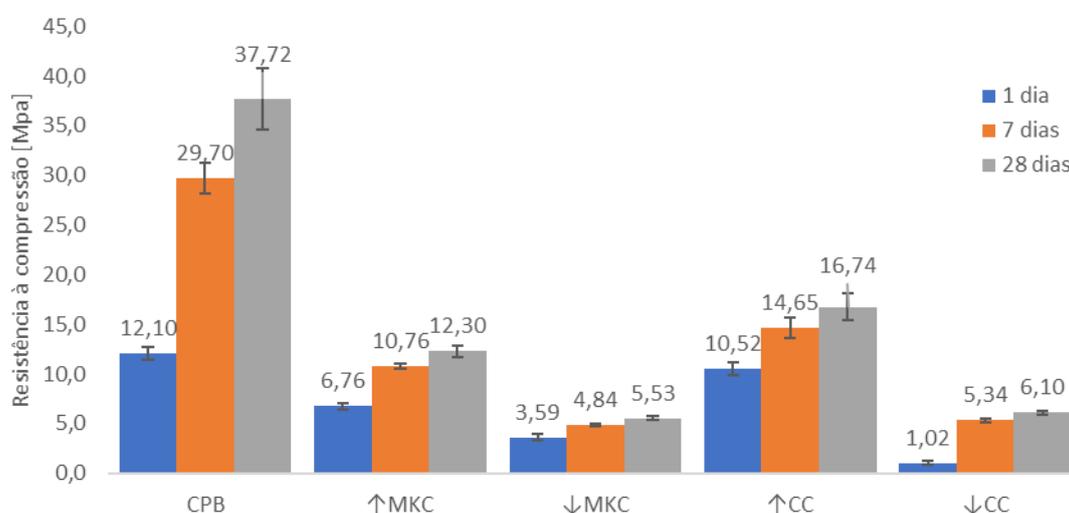


Figura 18: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão para amostras sem adição de pigmento.

Corroborando com o trabalho de Kaur et al. (2018) e Longhi (2015), as amostras com $M_s=1,0$, tiveram um resultado superior quando comparado às amostras com $M_s=0,5$, tanto para o metacaulim comercial, quanto para o caulim calcinado. Provis et al. (2009) indica que o aumento de silicatos na reação tende a aumentar a resistência mecânica do produto geopolimérico, apesar de ainda haver lacunas de conhecimento sobre o ponto ótimo de silicato contido no precursor e no ativador para obter-se o melhor resultado.

Ainda comparando os resultados do figura 18, observa-se que apesar da amostra com $M_s=1,0$ e caulim calcinado ter maior resistência quando relacionado às amostras de metacaulim comercial de mesma dosagem, o mesmo teve maior variabilidade que o restante das amostras geopoliméricas. O cimento Portland branco, a despeito de ter sido escolhido como parametrização para as demais amostras, teve maior variabilidade que os demais sistemas.

A figura 19 apresenta o resultado médio do ensaio com amostras de mesma dosagem que os da figura 18, contudo com adição de pigmento. É importante notar que novamente os

sistemas com caulim calcinado foram mais resistentes que os sistemas com metacaulim comercial, com exceção para o resultado de 1 dia com $M_s=0,5$. Outro ponto importante é que devido à alta relação água/ligante (0,60), a resistência das amostras geopoliméricas foi menor tanto quando comparado ao referencial de cimento Portland, quanto quando comparado à dosagem do teste piloto com relação água/ligante de 0,50.

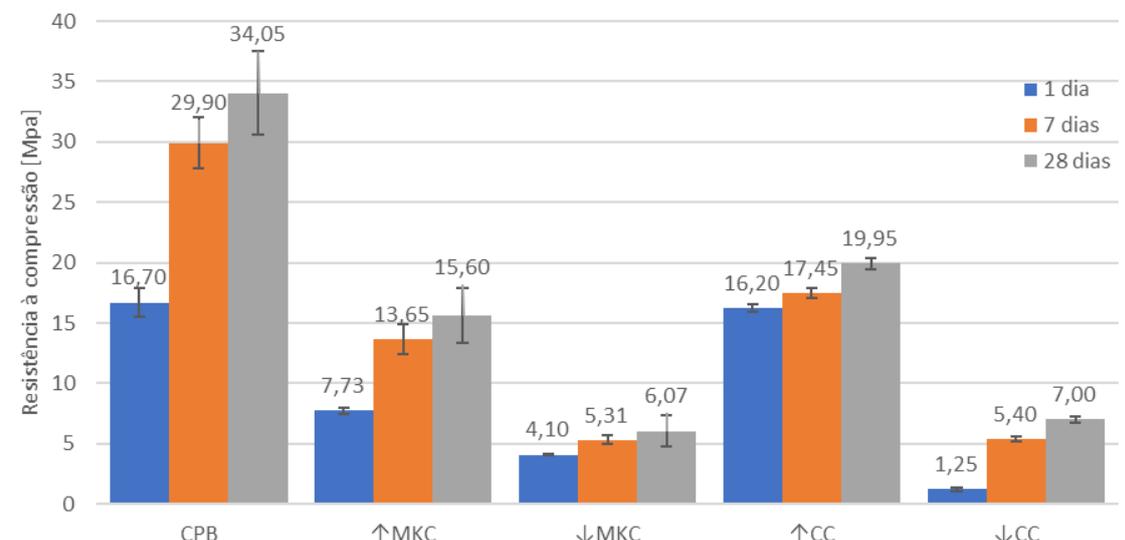


Figura 19: Resultado médio do ensaio à resistência à compressão para amostras com adição de pigmento.

A tabela 6 apresenta a relação de diferença de resistência à compressão entre amostras com e sem pigmento. Comparando os dois gráficos nota-se um ligeiro aumento na resistência das argamassas após a adição de pigmento na dosagem, tratando-se de cimento Portland o trabalho de Alcântara et al. (2014), indica que isso se deve ao efeito *filler* do pigmento influenciando na resistência dos mesmos devido à finura e à forma das partículas de cada pigmento. Analisando os dados com relação às amostras com ligante geopoliméricos, todas as amostras, sem exceção, tiveram aumento de resistência, tendo a amostra de caulim calcinado, com alta relação $SiO_2/NaOH$, aumentado sua resistência em 54% na ruptura de 1 dia, contudo a amostra de caulim calcinado, com baixa relação $SiO_2/NaOH$, sua resistência aumento apenas 1% aos 7 dias.

Variaco de resistncia	CPB	↑MKC	↓MKC	↑CC	↓CC
1 dia	38,02%	14,34%	14,08%	54,11%	22,46%
7 dias	0,67%	36,13%	18,85%	25,98%	1,17%
28 dias	-9,73%	26,84%	9,64%	19,16%	14,75%

Tabela 6: Relao de diferena de resistncia à compresso entre amostras com e sem pigmento.

Isto demonstra que em geopolmeros o xido de ferro no so aumenta a resistncia à compresso pelo seu efeito *filer*, mas que tambm esto diretamente ligados aos ativadores do sistema, como pode ser visto na tabela 6, em que os sistemas com maior relao SiO₂/NaOH tiveram maior aumento na resistncia que os sistemas com relao mais baixa relao. Infelizmente no foi encontrado nenhum trabalho que estude a microestrutura de geopolmeros com pigmentao e que corrobore com a suposio de que o xido de ferro reaja junto aos ativadores.  importante salientar, tambm, que o xido de ferro presente no metacaulim tem microestrutura diferente do xido de ferro composto pelo pigmento.

4.2 RESISTNCIA À FLEXO

Na figura 20 so apresentados os resultados mdios do ensaio de resistncia à flexo, sem adio de pigmento, nas idades de 1 e 28 dias. Seguindo a mesma coerncia dos ensaios de resistncia à compresso as amostras geopolimricas com Ms=1,0 tiveram melhores resultados quando comparados com as amostras com Ms=0,5. Da mesma forma, as misturas que tiveram o caulim calcinado como precursor obtiveram melhores resultados em relao às mesmas dosagens com metacaulim comercial.

Novamente o referencial de cimento Portland branco sobressaiu negativamente, tendo desvio absoluto mximo de 0,38 Mpa, maior que 0,3 Mpa conforme indica a NBR 13279. No restante das amostras nota-se uma variabilidade controlada, principalmente quando comparado às amostras do teste piloto com pastas. Esta menor variabilidade se deve à adio de agregados que diminuem a retrao da pasta, comum em geopolmeros com metacaulim (CHENG et al., 2015).

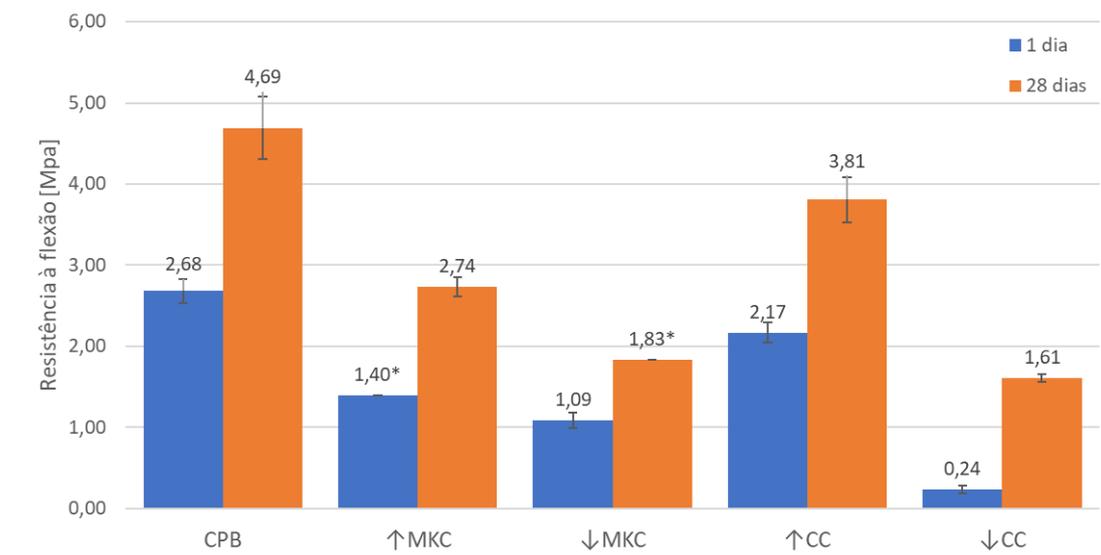


Figura 20: Resultado médio do ensaio à resistência à flexão para amostras sem adição de pigmento.

Na figura 21 são apresentados os resultados médios do ensaio de resistência à flexão, com adição de pigmento, nas idades de 1 e 28 dias.

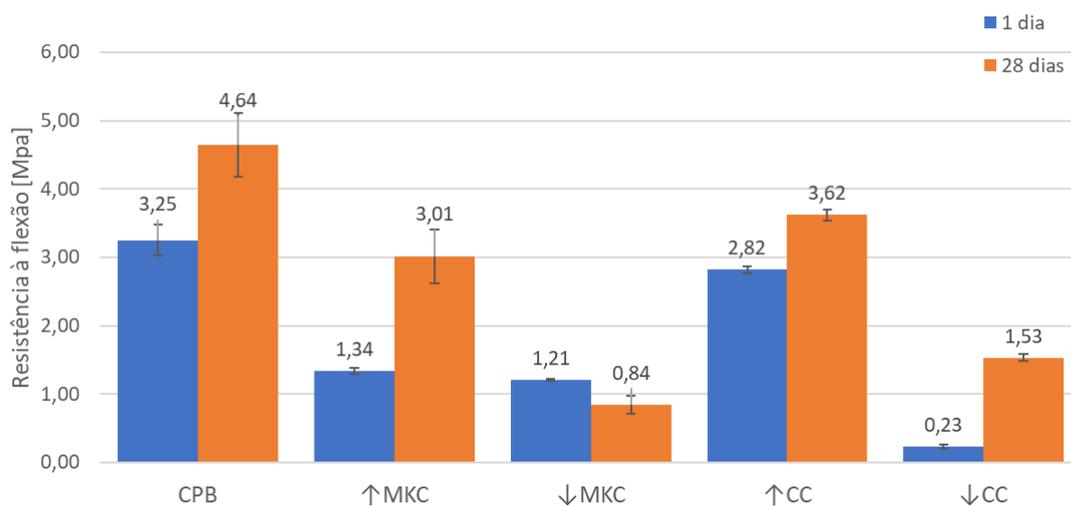


Figura 21: Resultado médio do ensaio à resistência à flexão para amostras com adição de pigmento.

Na comparação dos dois gráficos, ao contrário do ensaio de resistência à compressão, não há como afirmar que a adição de pigmento tenha influenciado no aumento da resistência.

* Essas amostras tiveram a ruptura de somente um corpo de prova, devido à perda na desforma dos outros dois corpos de prova.

Contudo, nas amostras com pigmentos, além do referencial com cimento Portland branco, a amostra com MKC e Ms=1,0 também ultrapassou o limite de 0,3 Mpa de desvio absoluto máximo com desvio de 0,4 Mpa.

Dividindo-se os resultados médios de ensaio de resistência à tração com os de resistência à compressão é possível criar uma proporção que indique a fragilidade as argamassas. Segundo a NBR 6118, este valor para concretos de cimento Portland até 50 Mpa de resistência à compressão, é de 10%. Ao comparar os resultados com 1 dia de idade, os valores pouco se destacam um do outro, com exceção do geopolímero com MKC e Ms=0,5. No entanto, relacionando os resultados com 28 dias a relação tração/compressão dos sistemas geopoliméricos é maior quando comparado à amostra referencial de cimento Portland branco, a tabela 7 apresenta a análise comparativa de ambas resistências, sendo as colunas amarelas representando as amostras com pigmentação.

Relação de resistência	CPB	CPB	↑MKC	↑MKC	↓MKC	↓MKC	↑CC	↑CC	↓CC	↓CC
1 dia	22,17%	19,46%	20,94%	17,39%	30,41%	29,54%	20,64%	17,59%	23,10%	18,33%
28 dias	12,43%	13,63%	22,27%	19,32%	33,12%	13,87%	22,73%	18,15%	26,38%	21,90%

Tabela 7: Relação de resistências entre resistência à tração e resistência à compressão.

4.3 ENSAIO DE ACELERAÇÃO NA FORMAÇÃO DE EFLORESCÊNCIAS

O principal foco deste trabalho foi entender como ocorre a eflorescência nos sistemas geopoliméricos e como mitiga-los. As figuras 22 e 23 mostram como foi feito o ensaio, bem como, seus resultados. Nas figuras o corpo de prova frontal foi revestido com resina acrílica.

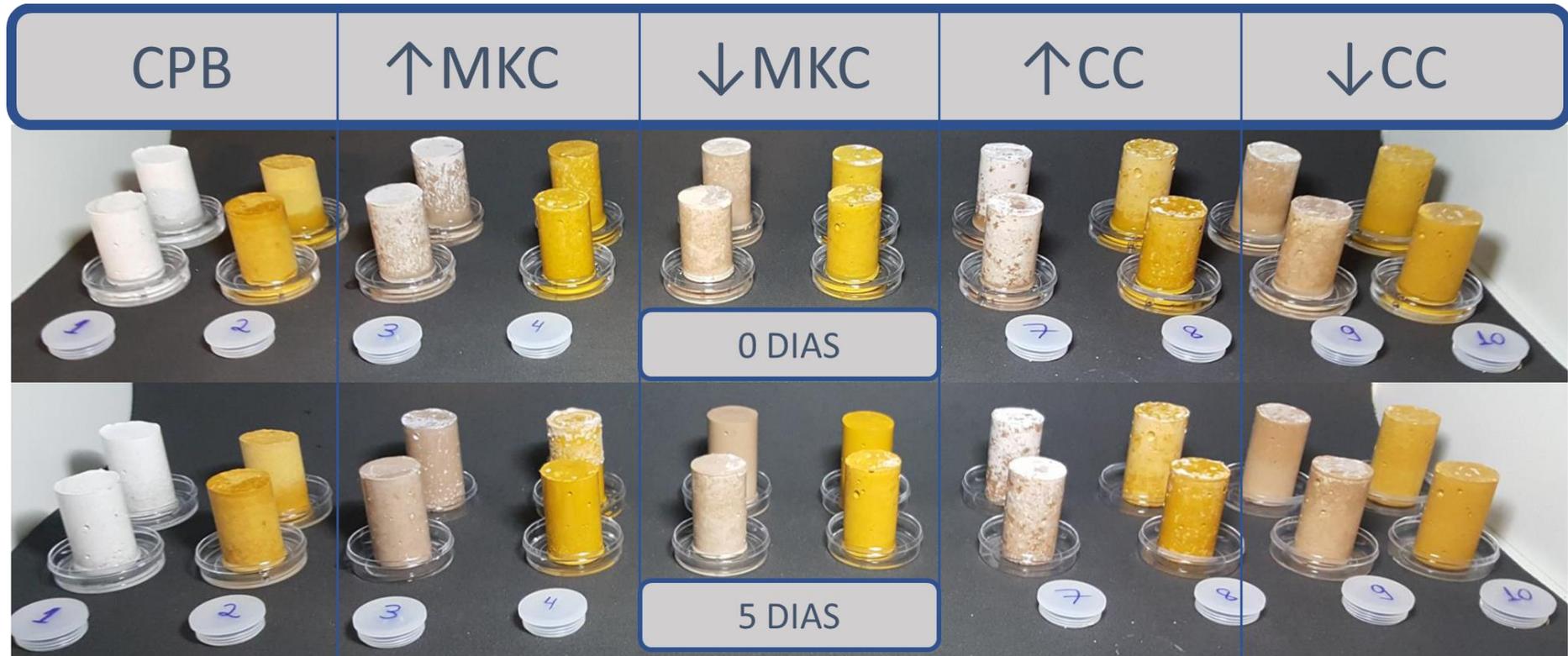


Figura 22: Ensaio de aceleração na formação de eflorescências nas idades de 0 e 5 dias. Amostras frontais com resina.

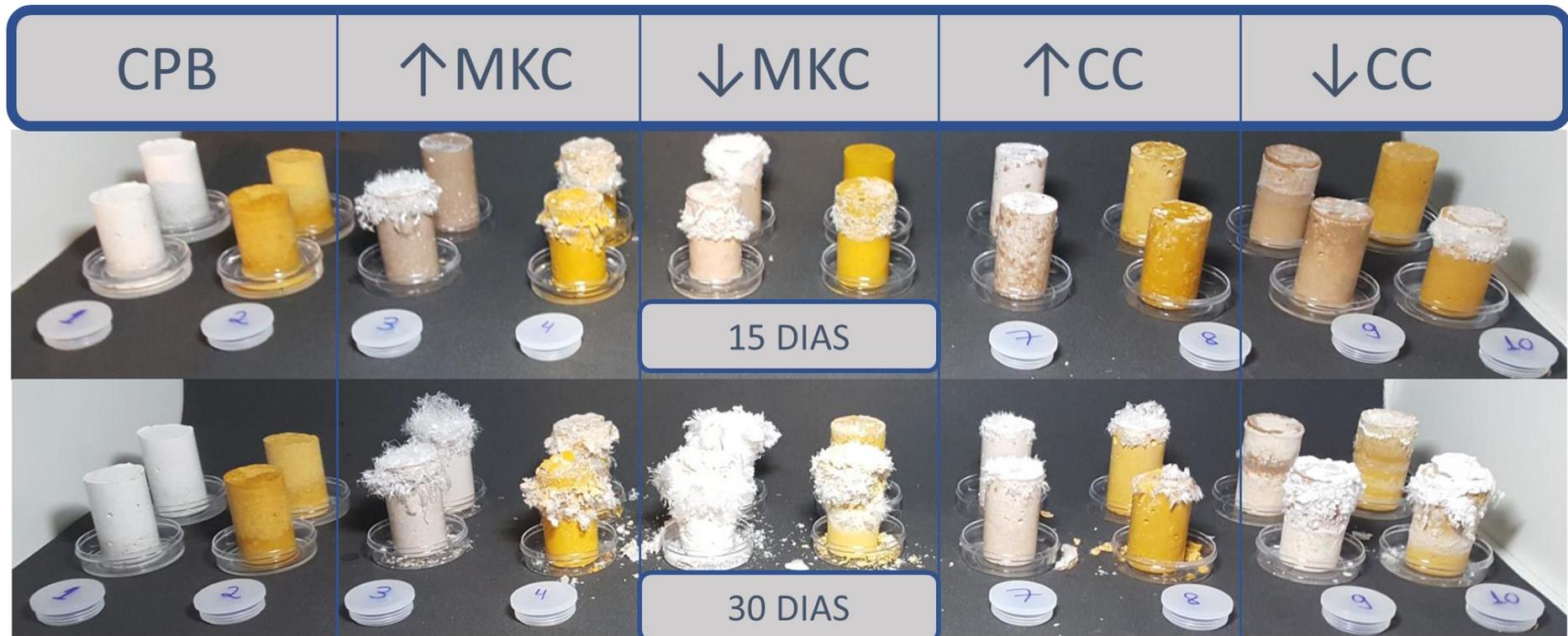


Figura 23: Ensaio de aceleração na formação de eflorescências nas idades de 15 e 30 dias. Amostras frontais com resina.

Primeiramente, é importante notar que apesar de sistemas com cimento Portland também sofrerem lixiviação, as amostras de CPB não sofreram eflorescências em nenhuma idade do ensaio, mesmo após a adição de 30ml de água. Este resultado corrobora com as duas situações em que ocorrem as eflorescências no cimento Portland, conforme explica Mehta e Monteiro (2008).

Para as misturas em geopolímeros, é demonstrado na figura 23 que no geral, as amostras com menor relação SiO_2/NaOH sofreram mais com eflorescências que amostras com maior relação. Estes resultados corroboram com os ensaio de resistência mecânica, onde argamassas mais porosas tendem a ter menor resistência e por consequência, sofrer com o desenvolvimento de eflorescências (AIN et al., 2016).

As amostras com metacaulim comercial foram as amostras mais degradadas do programa experimental, as principais hipóteses seriam de que parte da sílica em sua composição é cristalina e por consequência não reagentes, tornando a argamassa mais porosa e portanto mais propensa à eflorescências (PROVIS et al., 2009). Outra hipótese é de que parte dos álcalis do metacaulim não reagiram, tornando-se álcalis livres que posteriormente solubilizariam com a água e tornariam-se eflorescência (ALLAHVERDI et al., 2017).

Mesmo que as misturas com alta relação SiO_2/NaOH possuem maior concentração de sais em sua composição, o que as tornaria mais vulneráveis à lixiviação, elas obtiveram maior resistência e menor porosidade, o que resultou em menor quantidade de água disponível em sua microestrutura, por consequência uma menor quantidade de água solubilizou o excesso de sal livre. Nas misturas com menor relação SiO_2/NaOH , apesar de haver menor concentração de sais na composição, as argamassas obtiveram menor resistência e maior porosidade, permitindo o livre caminho para a entrada da água e solubilizar os sais.

Na figura 23 pode-se perceber que a tentativa de usar revestimento de resina acrílica para mitigar a cristalização foi falha, sendo que na maioria dos casos a amostra com revestimento sofreu mais danos do que a amostra sem revestimento. Esta diferença se deve ao fato de que sem o revestimento, a água, veículo que solubilizará os álcalis livres, tem livre acesso para sair do corpo de prova por evaporação, reduzindo o tempo para a solubilização dos sais que formam as eflorescências. Quando o corpo de prova é totalmente revestido por resina acrílica a água permanece dentro do corpo de prova, tendo mais tempo para solubilizar os sais do corpo de prova, com o enclausuramento, a mesma

sai sob a pressão da cristalização dos sais, eclodindo de dentro dos capilares da argamassa (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

5 CONCLUSÕES

Para a utilização de metacaulim como precursor, foram realizadas duas dosagens diferentes de ativadores, $M_s=1,0$ e $M_s=0,5$, das quais, as amostras com maior adição de silicato de sódio tiveram resultados superiores em todos os ensaios realizados neste trabalho. No teste piloto uma amostra de pasta obteve 72,73 Mpa de resistência à compressão com 1 dia de idade enquanto outra amostra com a mesma idade e $M_s=0,5$ obteve 20,03 Mpa de resistência. No ensaio de aceleração na formação de eflorescências, as amostras com maior adição de silicato de sódio também sofreram menos com o desenvolvimento de eflorescências devido à maior resistência mecânica e menor porosidade.

O caulim calcinado, com origem em Pântano Grande – RS, obteve resultados positivos e superiores ao metacaulim comercial em todos os ensaios do programa experimental. Torna-se uma alternativa para a região sul, com fonte próxima e por consequência, com menor pegada de carbono na sua utilização. No ensaio de aceleração na formação de eflorescências, sofreu com menor intensidade à formação da manifestação patológica, se considerado que este ensaio força o desenvolvimento da cristalização, em condições menos severas, há tendência de que esta patologia não aconteça.

Quanto à adição de pigmento amarelo à base de óxido de ferro às misturas, houve um acréscimo na resistência mecânica à compressão em comparação às misturas sem esta dosagem. As argamassas geopoliméricas tiveram um aumento superior no ganho de resistência em comparação à argamassa com cimento Portland, sugerindo um efeito adicional do pigmento, além do já conhecido efeito *filler*. Nos demais ensaios deste trabalho, não houveram resultados sólidos que indiquem melhoras por parte da adição de pigmento.

O revestimento com resina acrílica é indicado para evitar o desenvolvimento de eflorescências em produtos de cimento Portland expostos (sem demais revestimentos). Aplicado somente no ensaio de aceleração na formação de eflorescências, a resina acrílica não impediu que a cristalização rompesse a superfície das argamassas geopoliméricas. O enclausuramento da água dentro da argamassa geopolimérica fez com que a cristalização inteira ocorresse com intensidade muito maior do que em casos semelhantes, sem revestimento, onde a cristalização ocorreu externamente.

Para finalizar, salienta-se que os resultados e conclusões apresentados neste trabalho referem-se às condições apresentadas ao longo do programa experimental, sendo válidas apenas para sistemas que contemplem as características expostas.

6 REFERÊNCIAS

P. S. X. Alcantara, A. C. V. Nóbrega, L. S. Moura **INFLUÊNCIA DOS PIGMENTOS DE ÓXIDO DE FERRO NAS PROPRIEDADES DA PASTA DE CIMENTO**, 2014.

BOCA SANTA, R. A. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim**. 2012. 135 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

AIN, N.; SANI, M.; MAN, Z.; et al. **Determination of Excess Sodium Hydroxide in Geopolymer by Volumetric Analysis**. *Procedia Engineering*, v. 148, p. 298–301, 2016. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2016.06.621>>. .

ALBITAR, M.; ALI, M. S. M.; VISINTIN, P.; DRECHSLER, M. **Durability evaluation of geopolymer and conventional concretes**. *Construction and Building Materials*, v. 136, p. 374–385, 2017. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.01.056>>. .

ALBITAR, M.; VISINTIN, P.; ALI, M. S. M.; LAVIGNE, O.; GAMBOA, E. **Bond Slip Models for Uncorroded and Corroded Steel Reinforcement in Class-F Fly Ash Geopolymer Concrete**. , v. 29, n. 1992, p. 1–10, 2017.

ALLAHVERDI, A.; VAFAEI, M.; MAGHSOODLOORAD, H. **Quality control and assessment of geopolymer cements based on reacted and free alkalis**. *Construction and Building Materials*, v. 153, p. 274–283, 2017. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.073>>. .

BUCHWALD, A.; VANOOTEGHEM, M. **Purdocement : application of alkali-activated slag cement in Belgium in the 1950s**. , p. 501–511, 2015.

CHENG, H.; LIN, K.; CUI, R.; et al. **The effects of SiO₂ / Na₂O molar ratio on the characteristics of alkali-activated waste catalyst – metakaolin based geopolymers**. , v. 95, p. 710–720, 2015.

CHO, Y.; YOO, S.; JUNG, S.; LEE, K.; KWON, S. **Effect of Na₂O content , SiO₂ Na₂**

O molar ratio , and curing conditions on the compressive strength of FA-based geopolymer. , v. 145, p. 253–260, 2017.

DAVIDOVITS, J. **PROPERTIES OF GEOPOLYMER CEMENTS** Joseph Davidovits Geopolymer Institute, 02100 Saint-Quentin, France. , p. 1–19, 1994.

DAVIDOVITS, J.; DAVIDOVICS, M. **GEOPOLYMER : ULTRA-HIGH TEMPERATURE TOOLING MATERIAL. , v. 2, p. 1–10, 1991.**

DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; et al. **Understanding the relationship between geopolymer composition , microstructure and mechanical properties. , v. 269, p. 47–58, 2005.**

FERNA, P. D. Æ. A.; DEVENTER, G. C. L. Æ. A. P. Æ. J. S. J. VAN. **Geopolymer technology : the current state of the art. , n. 4, p. 2917–2933, 2007.**

GARTNER, E. M.; MACPHEE, D. E. **Cement and Concrete Research A physico-chemical basis for novel cementitious binders. Cement and Concrete Research, v. 41, n. 7, p. 736–749, 2011. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.006>>. .**

JIN, M.; ZHENG, Z.; SUN, Y.; CHEN, L.; JIN, Z. **Resistance of metakaolin-MSWI fly ash based geopolymer to acid and alkaline environments. Journal of Non-Crystalline Solids, v. 450, p. 116–122, 2016. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.07.036>>. .**

KAUR, M.; SINGH, J.; KAUR, M. **Synthesis of fly ash based geopolymer mortar considering different concentrations and combinations of alkaline activator solution. Ceramics International, v. 44, n. 2, p. 1534–1537, 2018. Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.10.071>>. .**

LONGHI, M. A. **Universidade Federal do Rio Grande do Sul Álcali-ativação de lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo ÁLCALI-ATIVAÇÃO DO LODO DE CAULIM CALCINADO E. , 2015.**

MEHTA, A.; SIDDIQUE, R. **Sulfuric acid resistance of fly ash based geopolymer**

concrete. Construction and Building Materials, v. 146, p. 136–143, 2017. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.077>>. .

NAJAFI, E.; ALLAHVERDI, A.; PROVIS, J. L. **Cement & Concrete Composites Efflorescence control in geopolymer binders based on natural pozzolan. Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 1, p. 25–33, 2012. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.07.007>>. .

PAPAKONSTANTINOY, C. G.; GIANCASPRO, J. W.; BALAGURU, P. N. **Fire response and mechanical behavior of polysialate syntactic foams.** , v. 39, p. 75–84, 2008.

PROVIS, J. L.; DUXSON, P.; DEVENTER, J. S. J. V. A. N.; LUKEY, G. C. **The role of mathematical modelling and gel chemistry in advancing geopolymer technology.** , , n. July, 2005.

RAMUJEE, K.; POTHARAJU, M. **Abrasion Resistance of Geopolymer Composites. Procedia Materials Science**, v. 6, n. Icmpec, p. 1961–1966, 2014. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.230>>. .

SENTRY, C. Recent Progresses in Concretes for Nuclear Waste and Uranium Waste Containment. , v. 16, n. 12, p. 53–58, 1995.

TURNER, L. K.; COLLINS, F. G. **Carbon dioxide equivalent (CO₂-e) emissions: A comparison between geopolymer and OPC cement concrete. Construction and Building Materials**, v. 43, p. 125–130, 2013. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.01.023>>. .

ZHANG, Z. H.; ZHU, H. J.; ZHOU, C. H.; WANG, H. **Applied Clay Science Geopolymer from kaolin in China : An overview. Applied Clay Science**, v. 119, p. 31–41, 2016. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2015.04.023>>. .

PROVIS, J. L.; DEVENTER VAN, J. S. J. **Geopolymers.** Elsevier, 2009.

NAZARI, A.; SANJAYAN, J. G. **Handbook of low carbon concrete.** Elsevier, 2017.

NEVILLE A. M.; BROOKS J. J. **Tecnologia do Concreto 2ª Ed.** Bookman, 2013.

MEHTA P. K; MONTEIRO P. **Concreto Estrutura, propriedades e materiais 2ª Ed.** Ibracon, 2008.

7 ANEXOS – Granulometria do metacaulim de laboratório (CC)



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : Metacaulim
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários :
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Patrícia
 Empresa :
 Localização :
 Data : 14/03/2016 Hora : 09:27:36
 Índice med. : 4013

Ultrassom : 60 s
 Concentração : 108
 Diâmetro a 10% : 1.12 mu
 Diâmetro a 50% : 5.24 mu
 Diâmetro a 90% : 14.65 mu
 Diâmetro médio : 6.69 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulativos particulares

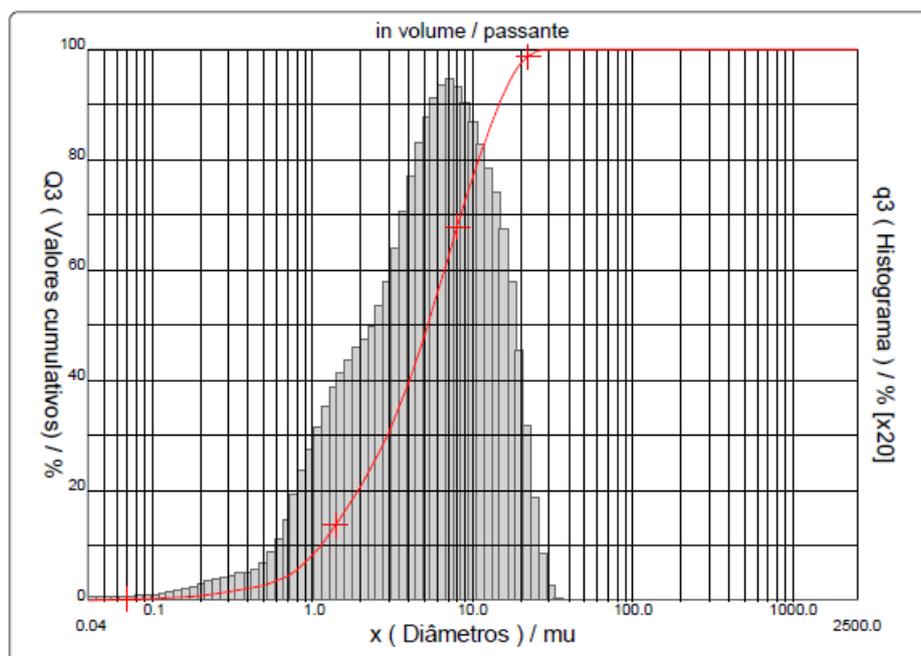
in volume / passante

x	0.10	1.00	10.00	100.0	1000.0
Q3	0.37	8.30	76.71	100.00	100.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	32.00



Num. de série : 570 Ref : 1.r113.m0.45A1818/5.00/4013/m26.12.40.20.1Fh.20.40.20.Bh/Q-.0.0.0./300.0.15.g60.0.9.10.1.10.P7200.27.80.P29.0/V 3.10/635

