Cleidson Rosa Alves

PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DE GEOPOLÍMEROS ADITIVADOS COM PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO.

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, da Universidade Federal de Santa Catarina, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Civil. Orientador: Prof. Dr. Fernando Pelisser.

Florianópolis 2018 Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

> Alves, Cleidson PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DE GEOPOLÍMEROS ADITIVADOS COM PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO / Cleidson Alves ; orientador, Fernando Pelisser, 2018. 98 p.
> Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Florianópolis, 2018. Inclui referências.
> 1. Engenharia Civil. 2. Geopolímeros. 3. metacaulim. 4. condutividade térmica. I. Pelisser, Fernando . II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. III. Título.

Cleidson Rosa Alves

PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DE GEOPOLÍMEROS ADITIVADOS COM PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO.

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de "Mestre em Engenharia Civil", e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil.

Florianópolis, 27 de setembro de 2018.

Prof. Enedir Ghisi , Dr. Coordenador do PPGEC

Banca Examinadora:

Prof. Fernando Pelisser, Dr. Orientador Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Philippe Jean Paul Gleize, Dr. Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Janaíde Cavalcante Rocha, Dr. Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Caroline Angulski da Luz, Dr. Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Esta dissertação é dedicada aos meus queridos pais, minha esposa e minha pequena filha.

AGRADECIMENTOS

Ao meu estimado professor Fernando Pelisser, que além de aceitar me orientar neste trabalho, apresentou este tema tão importante para o desenvolvimento de novas tecnologias na construção civil, além do apoio, compreensão e dedicação durante a realização desse trabalho.

Ao professor Philippe Jean Paul Gleize que além das contribuições pertinentes na qualificação desta pesquisa disponibilizou equipamentos essenciais para conclusão desde trabalho.

Agradeço a CAPES e a FAPESP/CNPq pelo apoio financeiro concedido, também ao NANOTEC-LAB e a UFSC pela disponibilização de sua estrutura para realização deste trabalho.

Agradeço ao Instituto Federal de Santa Catarina, pelo apoio financeiro concedido e pela disponibilização de laboratórios e equipamentos utilizados também neste trabalho.

Ao professor Saulo Guths do Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas da UFSC, pela gentileza e disponibilidade para realização de ensaios no laboratório de sua responsabilidade.

A Manchester Química do Brasil e Esmalglas SA., pela doação de matéria prima utilizada na produção da pesquisa.

Agradeço aos colegas de trabalho, professores Anderson Augusto Muller, Diego Haltiery dos Santos e Marcelo Dalbó pelas contribuições durante a dissertação.

Agradeço aos técnicos de laboratório André (UFSC), Lucas Fernandes e Lucas Ranakovski (IFSC) pela disponibilidade no auxílio a execução dos ensaios.

A toda minha família, especialmente minha esposa Sandra Klima pelo apoio incondicional, buscando sempre fazer o melhor para ajudar e contribuir. Também um abraço ao meu pai Edir e minha mãe Salete, pelo grande carinho e incentivo aos estudos, que não mediram esforços para que eu hoje chegasse até aqui.

E ao demais colaboradores não citados, meu muito obrigado!

"Nunca é tarde demais para ser o que você poderia ter sido."

(George Eliot)

RESUMO

Pastas e argamassas geopoliméricas porosas foram produzidas utilizando metacaulim, ativadores alcalinos e areia natural como materiais precursores. O peróxido de hidrogênio foi utilizado como agente formador de poros. As mudanças ocasionadas pela decomposição do H₂O₂ nas propriedades do produto final foram investigadas aplicando-se diferentes concentrações do agente formador de poros. Propriedades físicas tais como porosidade, densidade, tamanho dos poros e condutividade térmica e propriedades mecânicas como resistência à compressão e tração na flexão foram determinadas. Como resultado, este estudo confirmou que o aumento nas concentrações adicionadas de peróxido de hidrogênio resultou em um aumento da porosidade do material em até 78% para a concentração de 0,8% de H₂O₂ (em peso). A amostra com esta porosidade obteve condutividade térmica de 0.19 W/m.K e resistência à compressão de 16,6 MPa em pasta. Os testes com argamassa resultaram em uma resistência à compressão de 3,86 MPa e porosidade de 60%. Dada as resistências mecânicas obtidas e o efeito ambiental e econômico destes geopolímeros, pode-se considerar este material promissor para o uso na construção civil como material leve ou utilização para isolamento térmico.

Palavras-chave: Geopolímeros. Metacaulim. Condutividade térmica.

ABSTRACT

Porous geopolymeric pastes and mortar were produced using metacaulim, alkaline activators and natural sand as precursor materials. Hydrogen peroxide was used as a pore forming agent. The changes caused by the decomposition of H₂O₂ in the properties of the final product were investigated by applying different concentrations of the pore forming agent. Physical properties such as porosity, density, pore size and thermal conductivity and mechanical properties such as compressive strength and flexural tensile strength were determined. As a result, this study confirmed that the increase in the added concentrations of hydrogen peroxide resulted in an increase in porosity of the material by up to 78% at the concentration of 0.8% H₂O₂ (by weight). The sample with this porosity obtained thermal conductivity of 0.19 W / m.K and compressive strength of 16.6 MPa in paste. The mortar tests resulted in a compressive strength of 3.86 MPa and a porosity of 60%. Given the mechanical strengths obtained and the environmental and economic effect of these geopolymers, this material can be considered promising for use in civil construction as light material or use for thermal insulation.

Keywords: Geopolymers. Metakaolim. Thermal conductivity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Modelo de geopolimerização proposto por Glukhosky em
1959
Figura 2 – Vista típica do caulim 34
Figura 3 – Esquema estrutural da caulinita
Figura 4 - Equação da conversão caulim - metacaulim
Figura 5 - Diagrama ternário dos materiais Cimentícios
Figura 6 - Públicações na ultima década referentes a geopolímeros
altamente porosos 40
Figura 7 - Esquema típico para formação formação de espuma direta. 42
Figura 8 – Formação de poros com H2O244
Figura 9 - Tabela comparativa entre geopolímero de perlita x isolantes
térmicos
Figura 10 – Relação da dosagem de H ₂ O ₂ com a condutividade térmica e
resistência à compressão segundo Feng et al
Figura 11 - Relação entre a condutividade e resistência à compressão
segundo Novais et. al
Figura 12 – Custo dos materiais de baixa condutividade térmica segundo
Novais et al
Figura 13 – Método MTPS para medição de condutividade térmica 50
Figura 14 – Fluxograma da pesquisa científica
Figura 15 – Calcinação do Caulim
Figura 16 - Curva granulométrica das amostras de metacaulim
Figura 17 - Fases cristalinas por difração de raio x - metacaulim 55
Figura 18 – Moldagem das amostras
Figura 19 – Medição da condutividade térmica com aparelho C-Therm
Figura 20 – Esquema do dispositivo medidor de resistência térmica
(ČB3E)
Figura 21 – Placas de argamassa geopolimérica (300x300x40)mm 63
Figura 22 – Imagem binária para utilização em Software ImageJ® 66
Figura 23 - Densidade aparente em pasta/argamassa em função do teor
de H ₂ O ₂
Figura 24 – Microscopia da pasta/argamassa
Figura 25 – Porosidade total do material em função do teor de H_2O_274
Figura 26 – Resistência à compressão de pasta/argamassa em função do
teor de H_2O_2
Figura 27 – Tração na flexão em argamassa geopolimérica com teor de
H_2O_2
2 - 2

Figura 28 - Correlação entre Porosidade e Tração na flexão em
argamassas
Figura 29 – Módulo dinâmico em pasta/argamassa x percentual de H2O2.
Figura 30 - Condutividade térmica em pasta e argamassa 81
Figura 31 - Variação da resistência à compressão e condutividade térmica
em função do teor de H_2O_2 em pasta
Figura 32 - Variaçãoda resistência à compressão e condutividade térmica
em função do teor de H2O em argamassa 84
Figura 33 - Análise de imagem em função da variação da umidade de
cura
Figura 34 - Relação entre o diâmetro médio dos poros com duas umidades
de cura em função do teor de H2O286
Figura 35 - Comparativo entre a porosidade total com duas umidades de
cura em função do teor de aditivo
Figura 36 - Porosidade total e condutividade térmica de geopolímeros
(curados por 28 dias) produzidos em função do agente formador de poros.
Figura 37 - Custo de materiais comuns de baixa condutividade térmica
por unidade de volume

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Delineamento Experimental	
Quadro 2 - Síntese dos ensaios propostos	

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Faixa ideal para teores de óxidos dos materiais precursor	es 39
Tabela 2 - Temperatura de cura e densidade de geopolímeros poroso	os46
Tabela 3 - Análise química, obtida por fluorescência de raios X	, para o
caulim	53
Tabela 4 – Propriedades físicas do metacaulim	54
Tabela 5 – Composição química mínima para o metacaulim	55
Tabela 6 – Composição química do silicato de sódio.	
Tabela 7 – Especificações do Silicato de Sódio	56
Tabela 8 – Composição do GP	57
Tabela 9 – Relações molares utilizadas	57
Tabela 10 - Diâmetro médio dos poros por análise de imagem	71
Tabela 11 - Comparativo entre dois métodos de medição de Condu	tividade
térmica.	
Tabela 12 - Propriedades Termofísicas de geopolímeros leves e mat	eriais de
construção comuns de baixa condutividade térmica	

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT: Associação Brasileira de Normas Técnicas ASTM: American Society for Testing Materials. CP: Cimento Portland. CPs: Corpos de prova. CB3E: Centro Brasileiro de Eficiência Energética em Edificações DRX: Difratometria de raios X. FT-IR: Espectroscopia de infra-vermelho por transformada de Fourier. FRX: Fluorescência de raios X. GP: Geopolímero GPa: Giga Pasgal HS: Hidróxido de sódio. NaOH. IFSC: Instituto Federal de Santa Catarina MPa: Mega Pascal MTPS: Método da técnica de fonte de plano transitório modificado N: Newton NANOTEC-LAB: Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia de Construção Civil do departamento de Engenharia Civil da UFSC MC: Metacaulim SS: Silicato de sódio.

UFSC: Universidade Federal de Santa Catarina

SUMÁRIO

1 1.1	INTRODUÇÃO OBJETIVOS	 27 29
1.1.1	Objetivo geral	29
1.1.2	Objetivos específicos	29
1.2	ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO	29
2 2.1	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA CIMENTO GEOPOLIMÉRICO	 31 31
2.2 CIMENT	CLASSIFICAÇÃO E CARACTERÍSTICAS OS GEOPOLIMÉRICOS	DOS 33
2.2.1	Cimento geopolimérico pozolânico	34
2.2.1.1	Cimento geopolimérico de metacaulim	34
2.3 GEOPOL	FATORES E RELAÇÕES IMPORTANTES .ÍMEROS	NOS 37
2.3.1	Relações molares típicas dos geopolímeros	38
2.4	GEOPOLÍMEROS POROSOS	39
2.5 GEOPOL	PROPRIEDADES TERMICAS E MECÂNICAS LÍMEROS POROSOS	EM 47
2.5.1	Condutividade Térmica	48
2.5.2	Medições de condutividade térmica	49
2.6	SINTESE DA REVISÃO	51
3 3.1	MATERIAIS E MÉTODOS MATERIAIS	 52 52
3.1.1	Metacaulim	52
3.1.2	Ativadores alcalinos	56
3.1.3	Peróxido de Hidrogênio	56
3.1.4	Agregado miúdo	56
3.2	PRODUÇÃO DO CIMENTO GEOPOLIMÉRICO	57
3.2.1	Proporções sugeridas	57
3.2.2	Preparação das amostras	58

3.3	CARACTERIZAÇÂO DO MATERIAL	59
3.3.1	Densidade aparente	59
3.3.2	Porosidade Total	60
3.3.3	Módulo de elasticidade dinâmico	60
3.3.4	Condutividade Térmica	61
3.3.5	Resistência à compressão	64
3.3.6	Resistencia à tração na flexão	64
3.3.7	Difratometria de raios X	64
3.3.8	Fluorescência de raios X	65
3.3.9	Granulometria a Laser	65
3.3.10	Análise visual microscópica	65
3.3.11	Síntese das técnicas de caracterização	66
3.4	ANÁLISE ESTATÍSTICA	67
4 4.1	RESULTADOS E DISCUSSÃO CARACTERIAZAÇÃO DO METACAULIM	 68 68
4.1.1	Granulometria a Laser	68
4.1.2	Fluorescência de Raios X	68
4.1.3	Difratometria de Raios X	69
4.2	PROPRIEDADES FÍSICAS E TÉRMICAS	69
4.2.1	Porosidade total, massa específica e morfologia dos p	oros 69
4.2.2	Resistência à compressão	75
4.2.3	Tração na Flexão	77
4.2.4	Módulo de Elasticidade Dinâmico	79
4.2.5	Condutividade Térmica	80
4.2.6	Análise adicional – Umidade relativa	84
4.2.7	Conclusões relativas às propriedades mecânicas e térm	icas 87
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS SUGESTÕES PARA PESOUISAS FUTURAS	89

REFERÊNCIAS	
-------------	--

1 INTRODUÇÃO

O cimento Portland (CP) é um dos materiais de construção mais utilizados no mundo. A indústria de cimento produz anualmente cerca de 4 bilhões de toneladas de cimento no mundo e desta quantidade o Brasil produz em torno de 70 milhões de toneladas (1,8% da produção mundial) (U.S. Geological Survey, 2014). Porém, a fabricação de uma tonelada de cimento Portland, lança em torno de 0,8 toneladas CO₂ na atmosfera (RASHAD E ZEEDAN, 2011). A indústria de cimento é responsável por cerca de 5-8% da emissão mundial de CO₂ (Lothenbach *et al.*, 2011). A produção de cimento não só libera CO₂, mas também SO₃ e NOx, que causam efeito estufa e chuva ácida (RASHAD, 2011).

Geopolímeros correspondem a uma classe de materiais inovadora. Este material é obtido por meio da mistura de materiais aluminossilicatos (com altos teores de sílica e alumina), com soluções alcalinas ativadoras (hidróxidos e silicatos de sódio ou potássio) (DAVIDOVITS, 1978). A utilização deste material, em substituição aos compósitos a base de cimento Portland, apresenta diversas vantagens que tornam esta tecnologia bastante promissora. Como exemplo, podemos citar: a) sua capacidade de atingir grandes resistências nas primeiras idades (PROVIS *et al.*, 2009); b) ótimos resultados quanto à durabilidade química e térmica (DUXSON *et al.*, 2006); c) pode apresentar-se como uma alternativa benéfica ao meio ambiente (BORGES *et al.*, 2014), já que a produção de boa parte de seus possíveis materiais base (metacaulim, por exemplo) podem reduzir em até seis vezes a liberação de CO₂ na atmosfera (quando comparados à produção do cimento Portland).

Na Austrália, Canadá e alguns países europeus os geopolímeros já são utilizados como dormentes de ferrovias, painéis pré-fabricados de edificações, blocos refratários, reparações de rodovias, obras de infraestrutura e outros (SONAFRANK, 2010).

Segundo Komnitsas e Zaharaki (2007), os geopolímeros possuem diversas qualidades como (elevada estabilidade térmica, estrutura extremamente porosa, não inflamáveis, produzidos por meio de tecnologia de baixo custo e de baixo impacto ambiental) que proporcionam a possibilidade de utilização na construção civil como material leve e para isolação térmica.

Na Comunidade Europeia, edificações são responsáveis por cerca de 40% do consumo total de energia (ALLOUHI *et al.*, 2015), levandose em conta que o consumo de energia, acredita-se ser responsável por cerca de 3/4 das emissões de gases de efeito estufa (HUAMAN E JUN, 2014), isto representa ser uma grande preocupação ambiental, além da demanda de energia estar aumentando a uma taxa de 1,8% ao ano nos últimos 40 anos e poderá crescer para quase 58% do total em 2050 (NEJAT *et al.*, 2015).

Neste contexto, os materiais de isolamento térmico podem desempenhar um papel vital no desempenho energético das edificações, reduzindo a perda de energia e aumentando sua eficiência.

Estudos com concreto aerado auto clavado mostraram que é possível desenvolver materiais cimentícios com condutividade térmica entre 0,15 e 0,2 W/m.K e porosidade de 74%, tais características possibilitam o uso deste material como isolante térmicos em paredes de edificações. (WAN *et al.*, 2018)

O desenvolvimento de novos materiais com propriedades melhoradas é de extrema importância. Geopolímeros obtidos com cinzas volantes e H_2O_2 como agente formador de poros (FENG *et al.*, 2015; NOVAIS *et al.*, 2016), resultaram em condutividade térmica entre 0,08 W/m.K e 0,107 W/m.K, respectivamente, estes valores se equiparam a outros materiais utilizados como isolamento térmico.

Bai e Colombo em sua revisão sobre geopolímeros leves, mostraram que é possível obter altas porosidades, e compósitos com densidade aparente abaixo de 0,7g/cm³, porém a baixa resistência mecânica ocasionada pela porosidade é um fator limitante deste produto. Ainda segundo os mesmos autores, os trabalhos com geopolímeros leves se concentram em estudos com pastas geopoliméricas, não tendo relatos de pesquisas que avaliassem o efeito dos agentes formadores de poros em argamassas geopoliméricas.

Logo, estudar o comportamento físico e mecânico de compósitos geopoliméricos à base de metacaulim, ativadores alcalinos e peróxido de hidrogênio foi o objeto deste estudo, visando o desenvolvimento de materiais leves, com boas propriedades mecânicas e baixa condutividade térmica.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Estudar a influência da adição de peróxido de hidrogênio como agente formador de poros nas propriedades térmicas e mecânicas de compósitos geopoliméricos.

1.1.2 Objetivos específicos

- Avaliar a relação entre a porosidade e as propriedades térmicas e mecânicas de um cimento geopolimérico;
- Analisar o efeito da concentração de peróxido de hidrogênio em pastas e argamassas;
- Desenvolver compósitos geopoliméricos leves e com baixa condutividade térmica.

1.2 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

O Capítulo 1 traz a introdução e os objetivos da pesquisa.

O Capítulo 2 traz a revisão bibliográfica, acerca do uso de geopolímeros, seus principais constituintes e aplicações, a química das misturas, além dos diversos focos de pesquisa. Também cita trabalhos relacionados ao desenvolvimento de geopolímeros porosos ao comportamento mecânico e térmico de diversos compósitos geopoliméricos.

O Capítulo 3, trata do desenvolvimento das matrizes geopoliméricas, apresenta os materiais empregados, bem como os ensaios realizados para caracterização dos materiais e desenvolvimento da pesquisa.

O Capítulo 4 apresenta os resultados e a discussão sobre a influência do agente formador de poros.

O Capítulo 5 são apresentadas conclusões e sugestões para continuidade da pesquisa.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CIMENTO GEOPOLIMÉRICO

Uma das primeiras utilizações da combinação entre álcali e um aluminossilicato para produzir um ligante cimentício foi realizada por Kuehl (1930) a partir de uma patente relacionada à álcali-ativação da escória de alto forno e uma solução de KOH. Posteriormente Purdon (1940) destacou a possibilidade de utilizar escória como matéria prima para a produção de um novo ligante, a partir de sua ativação com soluções de elevada alcalinidade, não necessitando dessa forma de clínquer. Em 1967, Glukhosvky verificou a possibilidade de empregar materiais com baixos teores de cálcio e altos teores de silício e alumínio a fim de obter ligantes especiais, chamando-os de "soil cement" e "soil silicates" (SHI, JIMÉNEZ, AND PALOMO, 2011)

Entre 1970 e 1973, devido há alguns incêndios catastróficos em estruturas de concretos, iniciaram-se estudos para produzir um material resistente ao fogo e não inflamável. Um material intitulado como "geopolímero" foi resultado de pesquisa realizada por Davidovits em 1978. O autor identificou a transformação de um material amorfo em estruturas sílico aluminosas semi-cristalinas e tridimensionais (DAVIDOVITS, 1991). O termo geopolímero foi então introduzido devido algumas similaridades com os polímeros, podendo também ser conhecido como um polímero inorgânico.

A geopolimerização ou ativação alcalina consiste na reação, em meio altamente alcalino, entre materiais ricos em sílica e em alumina. Nesta reação são criadas ligações do tipo Si-O-Al-O (KOMNITSAS et. Al, 2007).

A polimerização acontece por meio de uma rápida reação química em condições fortemente alcalinas. Os polissialatos formam anéis de polímeros entre Si⁴⁺ e Al³⁺ coordenados com oxigênio, variando seu estado de amorfo e semi-cristalino. Os geopolímeros são resistentes em contato com ácidos ou com fogo, possuem propriedades zeolíticas, são de grande utilidade para contenção de resíduos tóxicos e endurecem rapidamente a baixas temperaturas. (DAVIDOVITS, 2002)

O mecanismo de formação dos sistemas geopolimérico ainda é algo que precisa ser estudado mais profundamente, porém existem alguns modelos, como o de Glukhosvky, proposto em 1959, que é utilizado até hoje. Na figura 01, podemos verificar o mecanismo simplificado de geopolimerização proposto por Glukhosvky e posteriormente detalhado por Duxson *et al.* (2006), que basicamente divide o processo em três etapas: destruição-coagulação; coagulação-condensação; condensação-cristalização (LONGHI, 2015).

Figura 1 – Modelo de geopolimerização proposto por Glukhosky em 1959.



Fonte: (Shi et al, 2006)

Segundo Shi *et al.* (2006), a etapa de dissolução depende de alguns fatores que gerarão o equilíbrio do sistema e proporcionarão a continuidade das reações: a concentração alcalina; o cátion metálico alcalino usado na solução ativadora; a velocidade de mistura; o tamanho da partícula; o tempo de dissolução; área específica superficial e a composição das fontes de Al-Si.

Após a reação de policondensação, o aluminossilicato e a solução ativadora alcalina transformam-se em uma rede tridimensional, constituída por cadeias de Si⁴⁺ e Al³⁺ em número de coordenação IV³com o oxigênio (PINTO, 2006).

A relação SiO_2/Al_2O_3 é importante para determinar características como resistência mecânica e ao fogo. Como exemplo disso, foi observado que na ativação do metacaulim com silicato de sódio que relações Si/Al

inferiores a 1,4 geram pastas com grandes poros interconectados. Já amostras com relação superior a 1,65 apresentam uma porosidade com pequenos poros distribuídos (Duxson *et al.*, 2007).

Quando os cimentos geopoliméricos pozolânicos são ativados com hidróxido de sódio (NaOH), sobretudo a cinza volante de carvão mineral, o material resultante é altamente poroso. Já com a combinação de hidróxido e silicato de sódio (SS), obtém-se um material com menor porosidade (RAMOS, 2017).

O cimento geopolimérico é um produto em duas partes. A primeira é em forma de pó, que deve ser a base de aluminossilicatos e uma segunda parte referente ao ativador, onde se deve ter uma solução alcalina de elevado pH, sendo essa em solução aquosa para permitir a homogeneidade durante a mistura (LONGHI, 2015).

A água pode afetar o desempenho de forma positiva ou negativa, pois quando utilizadas em pequenas quantidades aumenta o poder de ativação dos precursores, auxiliando as etapas de policondensação e endurecimento. Entretanto teores muito reduzidos prejudicam a homogeneidade da mistura. Com teores elevados, cristais maiores são formados, o que implica uma menor resistência mecânica do material (RATTANASAK *et al.*, 2009)

2.2 CLASSIFICAÇÃO E CARACTERÍSTICAS DOS CIMENTOS GEOPOLIMÉRICOS

Segundo Shi *et al.* (2011), os cimentos geopoliméricos consistem geralmente em dois componentes: um componente cimentício e ativadores alcalinos. Álcalis cáusticos ou sais alcalinos são normalmente utilizados como ativadores alcalinos. Uma variedade de subprodutos e resíduos industriais, bem como uma série de matérias-primas de aluminossilicato têm sido utilizados como componentes de cimento em cimentos geopoliméricos. Estes materiais incluem, cinza volante, vidro vulcânico, zeólita, metacaulim, sílica ativa e escórias do tipo granulada de alto-forno, granulada de fósforo, de aço e não ferrosa.

Ainda segundo SHI *et al.* (2011), utilizando a composição do (s) componente (s) cimentícios como critério, os cimentos geopoliméricos podem ser classificados em cinco categorias:

- Cimento geopolimérico à base de escórias de alto forno;
- Cimento geopolimérico pozolânico;

- Cimento geopolimérico à base de cal-pozolana / escória;
- Cimento geopolimérico com aluminato de cálcio;
- Cimento geopolimérico com adição de cimento Portland (cimentos híbridos).

2.2.1 Cimento geopolimérico pozolânico

Os cimentos geopoliméricos pozolânicos incluem os seguintes cimentos:

- Geopolímero de cinza volante;
- Geopolímero de pozolanas naturais;
- Geopolímero de metacaulim;
- Geopolímero de vidro sódico-cálcico.

As pozolanas são materiais silicosos (constituído basicamente por sílica (SiO₂)) ou sílico-aluminosos (composto por sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃)), naturais ou artificiais, que contêm um elevado teor de sílica reativa, com estrutura pouco cristalina ou mesmo não cristalina (amorfa). As pozolanas são materiais que possuem pouca ou nenhuma atividade ligante, mas que, estando finamente dividida e na presença de água, reage quimicamente com o hidróxido de cálcio [Ca(OH)₂] ou soluções alcalinas contendo Ca²⁺, em temperatura ambiente, para formar compostos com propriedades ligantes, geralmente silicatos e aluminatos de cálcio (NBR 12653, 1992). Alguns materiais pozolânicos são: sílica ativa, cinzas volantes e argilas calcinadas onde se enquadra o metacaulim.

2.2.1.1 Cimento geopolimérico de metacaulim

O termo caulim, originado da palavra chinesa "kauling", é empregado para designar um grupo de silicatos hidratados de alumínio, incluindo, principalmente, os minerais caulinita e haloisita. Este material foi descoberto na região montanhosa de Jauchau Fu (Província Jiangxi), na China e era conhecido como "china clay" (MONTE *et al.*, 2003; MEDINA, 2011). A figura 2 apresenta uma vista típica do caulim, uma argila pura, refratária, branca e friável. Figura 2 – Vista típica do caulim



Fonte: Rashad (2013)

O constituinte principal, a caulinita é um silicato de alumínio hidratado de composição aproximada 2H₂O.Al₂O₃.2SiO₂.

Estruturalmente, a caulinita consiste em folhas octaédricas de alumina e folhas tetraédricas de sílica estacionadas alternadamente com a composição teórica de 46,54% de SiO₂, 39,5% de Al₂O₃ e 13,96% de H₂O. A disposição dos átomos no grupo da caulinita é mostrada na figura 3.

Pertencente ao grupo 1:1 dos argilominerais, o caulim está inserido no subgrupo composto pela caulinita, nacrita, haloisita e outros minerais. A designação 1:1, deve-se ao fato de a rede atômica ser formada por uma camada de sílica tetraédrica, isto é, quatro átomos de oxigênio ligados a um átomo de silício, que se une a uma camada de alumina octaédrica, ou seja, aquela composta por oito átomos de oxigênio ligados a um átomo de alumínio. (MONTE *et al*, 2003).

Segundo Nita *et al.* (2004) o metacaulim é uma classe de materiais pozolânicos obtidos da calcinação, entre 700 °C e 800 °C, de argilominerais cauliníticos, onde a composição química é basicamente composta por silicato de alumínio hidratado, associados a Mn, Fe, Ca, K, Na.

Este termo, normalmente utilizado, faz referência à mistura de variedades polimórficas, sendo os mais comuns, utilizados para a produção de pozolanas a caulinita e haloisita que, quando convertidas em metacaulim, são denominadas de metacaulinita e metahaloisita respectivamente.

Figura 3 – Esquema estrutural da caulinita.



Fonte: Rashad (2013)

A obtenção do metacaulim, ocorre mediante calcinação do caulim, um silicato aluminoso hidratado, cuja constituição química aproxima-se de Al₂Si₂O₅(OH)₄. O caulim também possui outros elementos em menor quantidade, como ferro, titânio, manganês, magnésio, potássio e sódio (MONTE *et al*, 2003 apud OLIVEIRA 2007). Sob condições ambientais normais, o caulim é bastante estável, no entanto, quando aquecido a uma temperatura de 650-900 °C, perde 14% da sua massa em reações hidroxilas. Este tratamento térmico, ou calcinação, quebra a estrutura do caulim de tal forma que as camadas de alumina e sílica ficam enrugadas e perdem sua ordem de longo alcance. O Resultado desta desidroxilação é o metacaulim, uma transição altamente reativa (RASHAD, 2013). A figura 4 apresenta a equação de conversão do caulim em metacaulim.

Figura 4 - Equação da conversão caulim - metacaulim.



Fonte: Nita (2004)

Nesta mesma linha, a figura 5 apresenta o diagrama ternário dos materiais cimentícios, que mostra que o metacaulim é um material onde sua composição é rica em SiO_2 e Al_2O_3 .



Figura 5 – Diagrama ternário dos materiais Cimentícios.

Em um trabalho realizado por (Pelisser *et al.* 2013), os cimentos geopoliméricos de metacaulim foram testados em diferentes concentrações de NaOH. Obtiveram-se valores máximos do módulo elástico (10 GPa) e dureza (0,40 GPa) com a razão molar intermédia Na2O.SiO2/NaOH de 1,6. Para relações molares menores que 1 foi notado um aumento na porosidade. Os geopolímeros de metacaulim também apresentaram alta resistência à flexão (17,6 MPa) e excelente relação entre a resistência à flexão e à compressão (27%), o que indicou boa resistência à fissuração. (PELISSER *et al.* 2013)

Argamassas também foram produzidas com massas de areia distintas e mesmo com uma pequena relação ligante / areia (1:5), a resistência à compressão das amostras curadas foi promissora (55,8 MPa). Isto corresponde a uma utilização de 295kg/m³ de aglomerante na mistura, que é competitiva com cimento Portland (PELISSER *et al.*, 2013).

2.3 FATORES E RELAÇÕES IMPORTANTES NOS GEOPOLÍMEROS

A ativação independe dos cátions alcalinos e alcalinos terrosos (Na⁺, K⁺, Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Ba⁺⁺, NH₄⁺, H₃O⁺); pode ser utilizado qualquer cátion, provindo de fonte alcalina. No entanto, o Na⁺ e K⁺ representam a grande maioria dos estudos. Para favorecer a escolha é importante

Fonte: Lothenbach (2011)

conhecer o material de origem e o tipo de geopolímero que se pretende produzir (KONMITSAS *et al* 2007 apud LONGHI, 2015).

Um dado relevante é a concentração do ativador a ser usada. Para Konmitsas *et al.* (2007) o excesso de ativador pode formar carbonato de sódio em contato com o ar, a maioria dos autores trabalham com concentração de NaOH na faixa de 5-16 mols.

Outra relação importante é a Na₂O/SiO₂, uma vez que o grau de polimerização está conectado com a mesma, podendo estes materiais serem provenientes do precursor como em alguns casos do ativador. Criado *et al.* (2008), avaliando a relação SiO₂/Na₂O, somente do ativador alcalino com adição de sílica solúvel para ativação de cinza volante, observaram a formação de geopolímeros a partir da variação da relação entre 0,19 e 1,17.

A relação Na_2O/Al_2O_3 é similar à Na_2O/SiO_2 , mas tem como parcela sólida a alumina, que normalmente é encontrada em precursores em menores teores que a sílica, esta relação tem grande importância nos geopolímeros por controlar algumas reações de polimerização (DUXSON *et al.*, 2006); (FERNANDEZ-JIMENEZ *et al.*, 2006). Neste contexto, Rahier *et al.* (2007) observaram um maior calor de reação em pastas para a relação $Na_2O/Al_2O_3 = 1$, da mesma forma um maior desempenho mecânico, podendo assim ser considerada a relação ideal.

2.3.1 Relações molares típicas dos geopolímeros

Segundo Duxson *et al.* (2006), o período de desenvolvimento da fase gel do cimento geopolimérico depende da composição da matéria prima, do ativador e das condições de processamento e síntese. Devido às diferenças de composição, estrutura molecular e microestrutura dos materiais utilizados, esses autores preconizam a necessidade de adequar as relações molares com o modelo conceitual da reação de geopolimerização.

Reddy *et al.* (2016), investigaram a composição de óxidos de diversos materiais formadores de concretos geopoliméricos associando a resistência a compressão. A partir do estudo, verificou-se que a composição de óxidos do material tem influência significativa na resistência à compressão do concreto geopolimérico. Justificando assim o cuidado especial na escolha do material de origem a ser utilizado para fazer o concreto geopolimérico. Como SiO₂ e Al₂O₃ são os dois principais óxidos que governam a formação da rede geopolimérica e, por sua vez, a resistência à compressão final, é importante conhecer sua faixa típica no material de origem, tal faixa é apresentado na tabela 1.
Oxidos	Teor (%)
SiO ₂	45-55
Al_2O_3	22-28
CaO e Fe ₂ O ₃	15-20

Tabela 1 - Faixa ideal para teores de óxidos dos materiais precursores

Fonte: Reddy et al. (2016)

Segundo Davidovits (1982), alguns componentes da fonte mineral podem influenciar consideravelmente nas propriedades do cimento geopolimérico. Tem-se, como exemplo, a alumina (Al₂O₃), que além de interferir na velocidade de formação desse cimento, reduz a resistência à compressão se dosada em quantia excedente (DAVIDOVITS, 1982).

Elevadas proporções molares acarretam na migração do silicato alcalino e interfere nas propriedades físicas e químicas do mineral formado. Davidovits afirma também que, caso a proporção entre os óxidos Na₂O ou K₂O/Al₂O₃ seja menor que 0,8 e que SiO₂/Al₂O₃ fique inferior a 3,5, então os aluminossilicatos excedentes são impedidos de policondensar, formando um pó branco não endurecido.

Porém Pelisser *et al.* (2013), utilizando metacaulim, hidróxido e silicato de sódio, obtiveram um cimento geopolímero que apresentou, após 7 dias, quase 65 MPa de resistência à compressão e 17,6 MPa de resistência à tração na flexão. Para isso, utilizaram-se as proporções: Na₂O/SiO₂ = 0,15, SiO₂/Al₂O₃ = 3,20 e Na₂O.SiO₂/Al₂O₃ = 0,46, relações molares menores que as sugeridas por Davidovits mostrando que fontes minerais diferentes podem apresentar relações molares inferiores às sugeridas por Davidovits sem ocasionar falhar na reação de geopolimerização.

Mais tarde Ramos *et al.* (2018) utilizando os mesmos materiais precursores, porém com a composição diferente obteve resultados semelhantes de resistência à compressão aos 7 dias (62 MPa) para as proporções: $SiO_2/Na_2O = 9,4$; $SiO_2/Al_2O_3 = 3,17$; $Na_2O/Al_2O_3 = 0,34$ e $Na_2SiO_3/NaOH = 0,98$.

Com estes dados obtidos por Ramos *et al.* (2018), foi possível dosar o material formando uma matriz geopolimérico forte que serviu de base para este trabalho.

2.4 GEOPOLÍMEROS POROSOS

Nos últimos anos observou-se um aumento significativo nas produções de artigos com geopolímeros, cimento geopolimérico ou concreto geopolimérico, no entanto, apenas algumas publicações trazem informações sobre geopolímeros porosos (BAI E COLOMBO, 2018).

Apesar de que Komnitsas e Zaharaki (2007) afirmarem que todo geopolímero tem estrutura porosa, alguns autores tratam essa porosidade como micro porosidade e pode ser obtida simplesmente por ajustes na formulação e processamento dos materiais precursores (LEE *et al.*, 2014).

Porém recentemente alguns trabalhos estão sendo desenvolvidos a fim de desenvolver geopolímeros altamente porosas (porosidade $\geq 50\%$ em volume ou densidade aparente ≤ 0.7 g/cm³), em que a macro porosidade é introduzido de propósito na matriz geopolimérica. O interesse por estes compósitos vem recentemente subindo, como pode ser visto a partir do aumento do número de publicações sobre este tema ao longo dos últimos anos. A Figura 6 mostra o número de publicações em revistas indexadas obtidas por Bai e Colombo (2018).





Fonte: Bai e Colombo (2018) adaptado pelo autor.

Os métodos de processamento utilizados para a fabricação de geopolímeros porosos pode ser dividido em quatro grupos:

- Formação de espuma direta;
- Método de réplica;
- Método de sacrifício;
- Método da aditivação.

Dentre estes métodos, o método de formação de espuma direta é a técnica mais utilizada para produzir geopolímeros porosos, acontece via processamento de uma suspensão ou sistema líquido, sem sinterização. No método de espuma direta, os poros no geopolímero fresco são produzidas pela incorporação de ar ou gás em uma suspensão homogênea, que é subsequentemente ajustada por cura a determinadas temperaturas para obter corpos porosos consolidados. Durante a cura, as reacões de geopolimerização se completam, gerando uma rede inorgânica tridimensional contínua. A formação de bolhas é um processo termodinamicamente instável, uma vez que as bolhas de gás nas espumas molhadas provavelmente sofrem drenagem espontânea, contínuo amadurecimento e coalescência para minimizar a energia livre total do sistema líquido/líquido. Devido à instabilidade das espumas, os poros grandes (centenas de mícrons) e uma ampla gama de tamanhos de poros estão tipicamente presentes no corpo final do geopolímero poroso (BAI E COLOMBO, 2018).

Segundo Vaou e Panias (2010), a geração de gás dentro do líquido homogêneo pode ser realizado por adição de agentes de expansão, o qual pode ser classificado em agentes de expansão químicos ou físicos. Agentes de expansão químicos formam produtos gasosos (tais como O_2 e H_2) e outros subprodutos de decomposição térmica ou reações químicas. Os agentes de expansão físicos geram porosidade por uma mudança de fase, por exemplo, um líquido é volatilizado ou um gás dissolvido no sistema sob alta pressão pode ser dissolvido por descompressão.

Os agentes químicos formadores de poros mais utilizados são: pós de metais, tais como alumínio, silício, silícios compostos como fumo de sílica, liga de ferro silício. Ou peróxido de hidrogénio (H₂O₂), NaOCl, Perborato de sódio, FeSO₃.

Alguns pesquisadores costumam elevar a temperatura de cura (50-80 °C) nas primeiras 24 horas, fato que segundo (FENG *et al.*, 2015) facilita na liberação dos gases e coalescência na formação das bolhas, porém enfatiza que a estrutura dos poros e as propriedades correspondentes dos geopolímeros porosos não são determinadas apenas pelo tipo e quantidade dos agentes de expansão, mas também são fortemente afetados por parâmetros adicionais, tais como a viscosidade da pasta, a composição dos geopolímeros, a velocidade de mistura (para formação de espuma), etc.

O esquema típico para formação dos geopolímeros porosos é apresentado na figura 7.

 agente qúimico
surfactante
Formação de bolhas com ar pressurizado
Incorporação de bolhas
espuma direta
es

Figura 7 – Esquema típico para formação formação de espuma direta.

Fonte: Bai e Colombo (2018) adaptado pelo autor.

Dependendo do agente de expansão e da formulação dos geopolímeros alguns pesquisadores utilizam aditivos estabilizantes para controlar a formação de bolhas (agentes iônicos, aniônicos, à base de proteína), eles servem basicamente para controlar a dispersão das bolhas, fazendo com que o tamanho médio dos poros seja controlado (BAI e COLOMBO, 2018).

Alguns aditivos estabilizantes tensoativos, ou partículas que podem ser adicionados à pasta, diminuem a tensão superficial do sistema, estabilizando a formação da espuma, reduzindo a coalescência de bolhas. Além disso, a sua presença permite um melhor controle da distribuição do tamanho e o tamanho da célula e da razão entre células abertas e fechadas. Os surfactantes podem ser divididos em não iônicos (por exemplo, Triton X100[®] (C₁₄H₂₂O(C₂H₄O)n, Tween 80[®] (C₆₄H₁₂₄O₂₆)), aniônicos (por exemplo, sulfato de sódio, sabão), catiônico (proteínas vegetais ou animais) (CILLA *et al.*, 2014). Porém ainda vale ressaltar que a utilização de aditivos pode influenciar no comportamento reológico das pastas (FENG *et al.*, 2015).

Quanto aos demais métodos utilizados para formação de poros basicamente o método de réplica é muito utilizado para fabricação de cerâmicas porosas, o método consiste em infiltrar uma pasta geopolimérica bem líquida em um molde poroso (geralmente material a base de poliuretano), depois este material é sinterizado a temperatura por volta de 1200 °C obtendo um material compósito geopolímeropoliuretano altamente poroso. (KOVARIK *et al.*, 2017)

O método de sacrifício utiliza técnicas de dissolução, fusão ou decomposição térmica para introdução dos poros, partindo de uma solução aquosa de metacaulim e silicato de potássio Papa *et al.* (2015), adicionam percentuais de água (20, 50, 70 vol. %) em um composto geopolimérico após as reações de geopolimerização estarem quase completas e em seguida levou ao congelamento de -40 °C e pressão de 10 Pascal, com esta técnica os geopolímeros introduzidos ao gelo possuíam 53-83% de porosidade após o descongelamento.

O método da aditivação é utilizado geralmente quando é necessário acelerar ou retardar os mecanismos de geopolimerização, como exemplo utilizando uma solução contendo ácido acílico, Franchin *et al.* (2017) conseguiram produzir uma tinta geopolimérica para uso em impressora 3D, através da impressão de uma malha com vãos de 8mm, obteve porosidade de 71% no compósito a base de metacaulim.

Porém os métodos citados anteriormente, devido as suas particularidades e limitações ainda são pouco trabalhados, o uso de H_2O_2 é um método simples e sua reação química pouco interfere nos mecanismos de geopolimerização. A reação química é expressada na figura 8.

Segundo Atkins (2004), o peroxido de hidrogênio, sofre uma decomposição bem lenta em condições ambientes, formando o gás oxigênio e a água, porém alguns elementos químicos podem acelerar esta reação funcionando como catalisadores, a reação que ocorre na presença de um catalisador é chamada de catálise. Nas equações químicas que representam essas reações, o catalisador é indicado através de uma seta, tendo em vista que ele não participa nem como reagente nem como produto. Alguns elementos presentes na composição dos geopolímeros como o Al_2O_3 , K_2O , Fe entre outros funcionam como catalisadores do H_2O_2 e com isso a formação de bolhas nos geopolímeros acontece logo nos primeiros minutos da cura.



Figura 8 - Formação de poros com H2O2

Fonte: Bai e Colombo (2018) adaptado pelo autor.

Vaou and Panias (2010), incorporaram H_2O_2 em geopolímero a base de vidro sódico (perlita fina), variando as concentrações de uma solução de H_2O_2 a 30% de 0,6 a 2,9%. Seus resultados a 2% de adição de peroxido de hidrogênio levaram a uma condutividade térmica de 0,03 W/m.k, e desta forma o autor comparou estes dados com os demais isolantes térmicos comercializados no mercado conforme figura 9.

Figura 9 - Tabela comparativa entre geopolímero de perlita x isolantes térmicos

Material	Fibra de	Lã de Rocha	XPS	EPS	Geopolímero de
	vidro				Perlita
Densidade aparente (Kg/m³)	13-100	30-180	20-80	18-50	290
Condutividade térmica (W/m.K)	0.03-0.045	0.033-0.045	0.025-0.035	0.029-0.041	0.03
Temperatura máxima de aplicação (°C)	500	750	75	80	700
Classe de resistência ao fogo	A1-A2	A1-A2	B1-B2	B1-B2	A1
Resistência à compressão até 10% de					
deformação (Kpa)	16	0.01-69	100-700	70-450	780

Fonte: Vaou and Panias (2010).

O geopolímero estudado por Vaou Panias (2010), em relação aos demais isolantes térmicos comerciais (lã de vidro, lã de rocha, poliestireno extrudido e poliestireno expandido) apresentou valor satisfatório tendo como seu único ponto negativo a densidade aparente na casa dos 290kg/m³. Feng *et al.* (2015) utilizaram cinza volante como material precursor e variaram a concentração de silicato de sódio e do peroxido de hidrogênio, após vários testes chegou em uma configuração ideal, conforme figura 9, utilizando 100g de cinza volante, 80g de silicato de sódio e 6g de peroxido de hidrogênio, curados a 55°C. Nestas condições houve porosidade de 79,9%, condutividade térmica de 0,08 W/m.K e resistência à compressão de 0,82 MPa.

Figura 10 – Relação da dosagem de H_2O_2 com a condutividade térmica e resistência à compressão segundo Feng *et al.*



Fonte: Feng et al. (2015). Adaptado pelo autor

Já Novais *et al.* (2016), utilizou uma mistura de 1/3 de cinza volante com 2/3 de metacaulim como material precursor, como ativador alcalino utilizou silicato de sódio e hidróxido de sódio formando as seguintes relações molares $SiO_2/Al_2O_3 = 3.1$, $Na_2O/Al_2O_3 = 2.0$ e $Na_2O/SiO_2 = 0.6$, variando a concentração de peroxido de hidrogênio entre 0.03, 0.15, 0.30, 0.90 e 1.2%. Os autores observaram que para concentração de 1,2% de H_2O_2 o geopolímero atingiu uma condutividade térmica de 0,107 W/m.K e resistência a compressão de 1,23 MPa, conforme figura 11.

Figura 11 – Relação entre a condutividade e resistência à compressão segundo Novais *et. al.*



Fonte: Novais et al. (2016). Adaptado pelo autor

Novais *et al.* (2016), ainda fizeram uma comparação de custos do material obtido com outros materiais utilizados como isolantes térmicos, conforme figura 12, perdendo apenas em custo para lã de vidro, que apesar de ter uma condutividade térmica semelhante possui uma resistência mecânica muito menor que o geopolímero pozolânico estudado.





Bai e Colombo (2018), comparam a densidade aparente de uma série de trabalhos com geopolímeros porosos e com diversas temperaturas de cura. A temperatura de cura mostrou-se não ser o fator preponderante para interferir na densidade das amostras, com variadas fontes de alumino silicato foi possível obter densidades da ordem de 0,3 - 0,7 g/cm³.

Tabela 2 - Temperatura de cura e densidade de geopolímeros porosos

Agente formador de poros	Fonte de alumino-silicato	Temperatura de Cura (°C)	Densidade aparente (g/cm ³)	Fonte
Alúminio	metacaulim	24	0.6 - 0.9	Kansel et al. (2012)
Aluminio	cinza volante	60	0.4 - 1.3	Chen et al. (2015)
H_2O_2	perlita	65	0.3 - 0.7	Vaou e Panias (2010)
H_2O_2	metacaulim	35	0.3 - 0.6	Palmero et al. (2015)
H_2O_2	Cinza volante	55-85	0.5 - 1.6	Szabó et al. (2017)
H_2O_2	metacaulim + areia	24	0.7 - 1.4	Abdollahnejad et al. (2015)
H_2O_2	metacaulim + poliestireno	50	0.1 - 0.4	Duan et al. (2016)

Fonte: (BAI e COLOMBRO, 2018) adaptado pelo autor

2.5 PROPRIEDADES TERMICAS E MECÂNICAS EM GEOPOLÍMEROS POROSOS

A relação entre resistência mecânica, resistência térmica e porosidade em geopolímeros vem sendo discutida por diversos autores, uma equação simples (Eq. 2.5), primeiramente proposta por Ryshkewitch (1953) e posteriormente desenvolvida e aperfeiçoada por Rice (1996), foi amplamente aplicada para estudar o comportamento da resistência x porosidade. O modelo, também conhecido como modelo de área sólida mínima (MSA), pode ser aproximado da seguinte forma:

$$\sigma = \sigma o \exp(-b.P)$$

Equação 2.5

onde σ e σ o são a resistência de um material com porosidade total P e do mesmo material sem porosidade, respectivamente, e b é uma constante que depende das características dos poros.

Segundo Bai e Colombo (2018), vários trabalhos confirmaram que a resistência à compressão de geopolímeros porosos pode ser apropriadamente expressa com a relação do aumento exponencial da resistência com a redução da porosidade total, em uma composição fixa e sob as mesmas condições de processamento. Observa ainda que nenhuma tendência discernível pode ser extraída diretamente pelo fato de os trabalhos investigados tiveram várias composições, diferentes graus de geopolimerização, diferentes razões molares, diferentes temperaturas de cura ou foram fabricados usando diferentes parâmetros de processamento.

Deve-se notar também que o tamanho dos poros tem um efeito significativo sobre a resistência à compressão dos geopolímeros porosos, o comportamento mostrou-se similarmente ao observado em cerâmicas porosas. Ainda segundo Bai e Colombo (2018) os dados relatados na literatura confirmam tendência similar, geopolímeros com 61% de porosidade tinham uma resistência à compressão de 3,7 MPa quando o tamanho médio dos poros era 609 μ m, quando o tamanho médio dos poros era 266 μ m a resistência aumentava para 7,8 MPa.

A resistência à flexão em geopolímeros porosos em função da porosidade total também foi investigada por Palmero *et al.* (2015). Para amostras com a mesma composição, a relação entre resistência à flexão e porosidade puderam ser correlacionadas usando o modelo MSA (b = 4,62; $R^2 = 0,83$). Dados para amostras de diferentes composições não podem ser ajustados diretamente usando uma única fórmula. Os resultados de Palmero *et al.* (2015) para resistência à flexão em argamassa geopolimérica foram de 0,6 a 0,4 MPa para porosidades de 56 a 75% em geopolímeros porosos a base de metacaulim.

A condutividade térmica também diminui com o aumento da porosidade, como esperado em geral para materiais porosos de natureza diferente (isto é, polímeros, metais e cerâmicas). Diferentes relações analíticas têm sido propostas para explicar essa tendência, mas a escolha do modelo apropriado depende de vários fatores morfológicos e microestruturais (SMITH *et al.*, 2013). Não há dados suficientes na literatura para comentar o efeito de diferentes métodos de processamento na relação entre condutividade térmica e porosidade, pelo menos para geopolímeros.

Em resumo, a resistência mecânica e a condutividade térmica de geopolímeros porosos são fortemente dependentes da quantidade de porosidade total (aberta e fechada), bem como da quantidade de micro e macro poros na matriz, tamanho médio dos poros e distribuição de tamanho e a composição do material. Os valores máximos relatados na literatura para a resistência à compressão e à flexão foram de 26 MPa (62% porosidade), e 2,6 MPa (63% porosidade), respectivamente, usando H₂O₂ como agente químico de expansão (LIN et al., 2012), enquanto a condutividade térmica mais baixa foi de 0.03W/m.K (63% de porosidade), H₂O₂ como agente químico de expansão, e perlita como precursor) (Vaou e Panias, 2010). No entanto segundo Franchin et al. (2017), não há dados suficientes para avaliar a influência da porosidade em relação as propriedades térmicas e mecânicas, pois os métodos de produção dos geopolímeros porosos ainda é muito diversificado, considerando que muitos outros fatores contribuem para a formação da porosidade no material.

2.5.1 Condutividade Térmica

A condutividade térmica de materiais cimentícios é condicionada pela condutividade térmica dos minerais que a compõe. Essa propriedade regula a quantidade de calor possível de ser transmitida por unidade de tempo através de uma superfície sob determinado diferencial de temperatura. A condutividade térmica expressa a habilidade de um material em conduzir calor, ou seja, materiais com condutividade térmica alta são bons condutores de calor e condutividade baixas caracterizam os materiais designados como isolantes (CLAUSER *et al.*, 1995).

As propriedades Termofísicas de uma argamassa, segundo Cincotto *et al.* (1995), são influenciadas por diversos fatores: composição e quantidade de matéria sólida, distribuição, geometria e dimensão dos

poros que conferem a estrutura celular da argamassa, teor de umidade e tipo de gás contido no interior dos poros.

Akutsu & Sato (1987) afirmam que a condutividade térmica dos materiais está na razão inversa em relação a quantidade de ar presente no material e na razão direta em relação a massa específica aparente. A condutividade aumenta em função do teor de umidade contida nos materiais, uma vez que a água tem capacidade de isolamento inferior ao do ar e substitui parte do volume gasoso contido nos poros. Os valores de condutividade são delimitados pela microestrutura do agregado. Os agregados de estrutura cristalina, agregados quartzosos, com poros interconectados, conduzem mais calor do que os agregados de estrutura vítrea com poros em distribuição discreta.

2.5.2 Medições de condutividade térmica

Existem diversas formas de medir a condutividade térmica em materiais, e a escolha adequada da técnica tem muito a ver com o tipo de material, tamanho, umidade e temperatura.

Desde a época que Fourier definiu a condutividade térmica, pesquisadores como Peclet, Forbes e Cristiansen já iniciavam o desenvolvimento de sistemas para a sua medição (GUTHS *et al.*, 1991).

Para se medir as propriedades térmicas dos materiais, normalmente se estabelece um fluxo de calor conhecido e unidimensional nas amostras do material, de modo a manter as temperaturas das faces opostas constantes (regime permanente) e, conhecendo-se a espessura e a área da amostra, a condutividade térmica pode ser obtida, isolando-se o termo λ da Equação 2.1.

$$Q = \lambda A. \frac{\Delta T}{e}$$

Equação 2.5.2

Onde:

- λ é a condutividade térmica da amostra, W/m.K;
- Q é o fluxo de calor que atravessa a mostra, W;
- *A* é a área da amostra perpendicular ao fluxo de calor, m²;
- *e* é a espessura da amostra, m;
- ΔT é a diferença de temperaturas entre as faces quente e fria da amostra, K.

O método da placa quente protegida, método fluximétrico, método do fio a quente foram amplamente discutidos em trabalhos anteriores e

utilizados para realização de ensaios de condutividade térmica, porém limitação destes valores, formato das amostras, tempo de ensaio realizado e constantes calibrações de equipamento fizeram que outros métodos fossem desenvolvidos (Al-Ajlan, 2006), dentre estes métodos a técnica de fonte de plano transitório modificado (MTPS) veio para agilizar e diversificar os materiais cuja condutividade e a difusividade térmica sejam o interesse de estudo.

O método emprega um sensor de refletância de calor unilateral, interfacial, que aplica uma fonte de calor constante e momentânea à amostra. Normalmente, o pulso de medição é de 1 a 3 segundos. A condutividade térmica e a difusividade são medidas diretamente, fornecendo uma visão geral detalhada das propriedades de transferência de calor do material de amostra.

Figura 13 – Método MTPS para medição de condutividade térmica.



Fonte: C-Therm Technologies (2018)

1. Uma corrente conhecida é aplicada ao elemento de aquecimento espiral do sensor, fornecendo uma pequena quantidade de calor.

2. Um anel de guarda envolve a bobina do sensor primário para suportar uma transferência de calor unidimensional para a amostra. A corrente aplicada resulta em um aumento na temperatura na interface entre o sensor e a amostra, o que induz uma mudança na queda de tensão do elemento sensor.

3. A taxa de aumento na voltagem do sensor é usada para determinar as propriedades térmicas da amostra. A tensão é calibrada de fábrica para a temperatura. A condutividade térmica é inversamente proporcional à taxa de aumento da temperatura no ponto de contato entre o sensor e a amostra. A voltagem é usada como um proxy para a temperatura e aumentará mais acentuadamente quando forem testados materiais de baixa condutividade térmica (por exemplo, espuma). Por outro lado, a inclinação da tensão será mais plana para materiais de condutividade térmica mais elevada (por exemplo, metal).

2.6 SINTESE DA REVISÃO

Desde 1930 já existe registro de patente da utilização de cimentos álcali ativados, porém a partir da década de 70 Davidovits intitulou o nome geopolímero a uma classe de cimento álcali ativado pela semelhança com os polímeros.

A geopolimerização ou ativação alcalina consiste na reação, em meio altamente alcalino, entre materiais ricos em sílica e em alumina.

Para o processo geopolimerização acontecer de forma adequada, é necessário que a composição da mistura esteja adequada, as relações molares típicas devem ser respeitadas, elevadas proporções molares acarretam na migração do silicato alcalino e interfere nas propriedades físicas e químicas do mineral formado.

De modo geral, os geopolímeros possuem atributos suficientes para diversas aplicações. Entre as principais propriedades, destacam-se: rápido endurecimento, resistência ao fogo, excelente resistência mecânica, produção com tecnologia de baixo custo e verde; não inflamável e resistência a alta temperatura.

Os materiais precursores mais utilizados são o metacaulim e a cinza volante, aliados aos ativadores alcalinos hidróxido de sódio, silicato de sódio e hidróxido de potássio.

Muitas pesquisas foram focadas nas propriedades mecânicas dos geopolímeros (Nazari e Sanjayan, 2015; Pelisser *et al.*, 2013; Torres-Carrasco e Puertas, 2015), nestas pesquisas os geopolímeros mostraram ter boa resistência mecânica, ser leve em relação aos compostos semelhantes a base de cimento convencional e produção limpa.

Neste contexto, aproveitando estas qualidades citadas, esta pesquisa buscou desenvolver um composto geopolimérico, introduzindo poros na matriz de forma que o resultado fosse um geopolímero leve, resistente e com boas propriedades térmicas.

Na última década alguns pesquisadores desenvolveram geopolímeros porosos, utilizando diversas fontes de aluminossilicatos e vários métodos para elevar a porosidade do material. Porém a maioria dos trabalhos foram realizados em pastas, e esses testes resultaram em materiais com alta porosidade, porém com resistência mecânica baixa, além disso, poucos trabalhos foram encontrados que utilizassem materiais de baixo custo para viabilizar a utilização na construção civil, como a areia e o caulim.

Através dos resultados obtidos até o momento, com a utilização do caulim, material com grande disponibilidade no sul do Brasil, areia e peroxido de hidrogênio, este trabalho teve o foco no desenvolvimento de um material geopolimérico leve, com boa resistência mecânica e térmica para utilização na construção civil.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão apresentados os materiais, equipamentos e as técnicas utilizadas para produzir geopolímeros porosos afim de serem avaliados as suas propriedades físicas, químicas e micro estruturais.

Para tal, o programa experimental seguiu o fluxograma da figura 14, onde estão elencadas as etapas constituintes desde trabalho.

Figura 14 – Fluxograma da pesquisa científica.



Fonte: Autor (2018).

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Metacaulim

O caulim utilizado como fonte para produção do metacaulim foi fornecido pela empresa Esmalglass – Grupo Itaca do Brasil. Trata-se de

um produto descrito como inerte tendo como seu componente principal o silicato de alumínio. Apresentando as seguintes propriedades químicas na tabela 3.

Flomento	Do Autor (2018)		
Liemento	Teor (%)		
SiO ₂	46.30		
Al_2O_3	38.90		
Fe ₂ O ₃	0.37		
TiO ₂	< 0.05		
CaO	< 0.05		
MgO	< 0.05		
K ₂ O	0.57		

Tabela 3 – Análise química, obtida por fluorescência de raios X, para o caulim.

Fonte: Autor (2018)

A calcinação do caulim foi realizada a temperatura de 800°C por período de duas horas dando origem ao metacaulim (PELISSER *et al.* 2013; RASHAD, 2011)

Nesta pesquisa a calcinação foi realizada em forno na marca JUNG, com taxa de aquecimento de 4,44°C/min. e seguiu padrão de calcinação conforme figura 15.

Figura 15 – Calcinação do Caulim.



Fonte: Autor (2018).

O metacaulim foi submetido a uma análise de granulometria conforme apresentado na tabela 4.

Propriedades	Teor (%)
Diâmetro médio	10,82 µm
Diâmetro a 10%	1,6
Diâmetro a 50%	6,33
Diâmetro a 90%	24,71
Massa específica (kg/dm ³)	2,51
Massa unitária (kg/dm3)	0,6
Fonte: Autor (2018)	

Tabela 4 - Propriedades físicas do metacaulim

Figura 16 - Curva granulométrica das amostras de metacaulim.



Fonte: Autor (2018)

A composição química do metacaulim foi realizado através do ensaio de fluorescência de raios x conforme tabela 5. O metacaulim apresentou características de material pozolânico, estando em todos os parâmetros químicos adequados a NBR 12653.

Flomonto	NBR 12653 (2014)	Do Autor (2018)
Elemento	Teor (%)	Teor (%)
SiO ₂	min. 40	47,10
Al ₂ O ₃	min. 30	39,30
Fe ₂ O ₃	-	0,55
TiO ₂	-	< 0,05
CaO	máx. 10	< 0,05
MgO	máx. 3	< 0,05
K ₂ O	máx. 3	0,63
Perda ao Fogo	máx. 10	2,66
Fonte: Autor (2018)		

Tabela 5 – Composição química mínima para o metacaulim.

Fonte: Autor (2018)

Na Figura 17, têm-se o difratograma do metacaulim produzido a partir da calcinação do caulim.

O difratograma indicou a presença de aproximadamente 21,3% de fases cristalinas, segundo refinamento do DRX por método de Rietveld, com predominância das fases quartzo e muscovita.

Figura 17 - Fases cristalinas por difração de raio x - metacaulim



٠ Muscovita - KAl2Si 3AlO10(OH)2 - Y: 55.84%

3.1.2Ativadores alcalinos

Nesta pesquisa foram utilizadas duas fontes de ativadores, compostos por hidróxido de sódio (HS) e silicato de sódio (SS). O HS utilizado é disposto em formas de micro pérolas e com 99,66% de pureza, sendo da empresa NEON Comercial Ltda. O Silicato de sódio é da empresa Manchester Química do Brasil, cuja composição química é mostrada na Tabela 6.

Elemento	Faixa (%)
SiO ₂	27,5-30,00
Na ₂ O	8,20-8,90
H ₂ O	61,00-64,30

Tabela 6 - Composição química do silicato de sódio.

Fonte: MQB do Brasil (2017).

O Silicato de sódio, segundo o fabricante, apresenta aspecto liquido viscoso, incolor com densidade de $1,4g/cm^3$ e fórmula Na₂O.3,3SiO₂.*n*H₂O.

Tabela 7 – Especificações do Silicato de Sódio.

Aspecto	Líquido viscoso, incolor
Fórmula	Na ₂ O.3,3SiO ₂ . <i>n</i> H ₂ O.
Módulo de Sílica	3,3
Densidade	1,4 g/cm ³
Viscosidade a 25°C	70-200 cps

Fonte: MQB do Brasil (2017).

3.1.3 Peróxido de Hidrogênio

Nesta pesquisa foi utilizado o Peróxido de Hidrogênio (H_2O_2) da marca QUIMISUL com solução a 35% (130 volumes).

3.1.4 Agregado miúdo

A areia utilizada foi à normal brasileira como material de referência, estabelecido na NBR 7214 (2015) – Areia Normal para Ensaio de Cimento. A produção e fornecimento deste material são atribuições do IPT (Instituto de Pesquisas Tecnológicas), conforme NBR 7214 (1982) - Areia Normal Brasileira n° 16 (2,4mm - 1,2mm), n° 30 (1,2mm - 0,6mm), n° 50 (0,6mm - 0,3mm) e n° 100 (0,3mm - 0,15mm).

Para preparação da argamassa primeiramente foi feito uma mistura em proporções iguais das três frações granulométricas: média grossa (#30), média fina (#50) e fina (#100).

3.2 PRODUÇÃO DO CIMENTO GEOPOLIMÉRICO

Nos próximos subitens, descreve-se o processo de produção laboratorial das pastas dos cimentos GP's e posteriormente argamassa de cimento GP.

3.2.1 Proporções sugeridas

Para definição dos materiais constituintes do cimento geopolimérico foi utilizada uma composição já testada por Ramos *et al.* (2018), sua proporção em massa pode ser observada na tabela 5 e as relações molares entre os componentes são apresentadas na tabela 8.

Material	Concentração (%)
MC	44,6
SS	49,5
HS	5,9

Tabela 8 - Composição do GP

Fonte: Ramos et al. (2018), adaptado pelo autor.

Tabela 9 - Relações molares utilizadas

Composto	Relação molar
SiO ₂ /Na ₂ O	9,4
SiO_2/Al_2O_3	3,17
Na ₂ O/Al ₂ O ₃	0,34
Na ₂ SiO ₃ /NaOH	0,98

Fonte: Ramos et al. (2018), adaptado pelo autor.

Para argamassa, foi utilizado areia padrão brasileira em uma proporção 66% em massa em relação ao material ligante. Após definido às composições foram produzidos corpos de prova cilíndricos (20x60mm) para realização dos testes mecânicos e térmicos em pasta e corpos de prova prismático (40x40x160mm), além de placas (300x300x40mm) para realização dos testes mecânicos e térmicos em argamassa.

Especificação	Composi ções	Teor de H ₂ O ₂	Especificação	Amostra	Teor de H ₂ O ₂
	P1	0	Argamassa	Δ 1	0
	P2	0,1		AI	0
Pasta	P3	0,2		A2	0,2
	P4	0,3			
	P5	0,4		A3	0,4
	P6	0,5			
	P7	0,6		A.4	0.6
	P8	0,7		A4	0,0
	P9	0,8			0.0
	P10	0,9		AS	0,8
	P11	1		A6	1

Quadro 1 - Delineamento Experimental

3.2.2 Preparação das amostras

Na etapa inicial, a mistura entre os ativadores alcalinos foi realizada durante 3 minutos em um misturador intensivo (KITCHENAID KEA30 - STAND MIXER – 220 V). Em seguida, adicionou-se o metacaulim nos ativadores e realizou-se a mistura durante 3 minutos. O H_2O_2 foi adicionado após final do ciclo de preparação da pasta e misturado mecanicamente por 2 minutos.

Para preparação da argamassa foi acrescentado a areia na pasta geopolimérica e realizado a mistura mecânica por 3 minutos

Em seguida, as misturas foram vertidas para moldes plásticos cilíndricos (pasta) e metálicos prismáticos (argamassa), vedados com película aderente de modo a evitar as trocas de umidade com o meio exterior. As amostras assim preparadas foram colocadas em câmara climática para controle das condições de endurecimento. A temperatura selecionada para a cura foi de 24°C e umidade 30%, tais condições foram selecionadas devido as similaridades com as condições ambientais locais

existentes. Após 24 horas as amostras foram desmoldadas, tendo permanecido em câmera climática SHAKER SL-223 na temperatura de 24°C e umidade relativa de 30% até os 28 dias de cura.

Figura 18 - Moldagem das amostras



Fonte: Autor (2018)

Para verificação da possível alteração na morfologia dos poros, as amostras de pastas geopoliméricas foram curadas em câmera de com umidade superior a 90% por 72 horas e posteriormente as amostras foram desmoldadas, tendo permanecido em câmera refrigerada SHAKER SL-223 na temperatura de 24°C e umidade relativa de 30% até os 28 dias de cura.

3.3 CARACTERIZAÇÂO DO MATERIAL

3.3.1 Densidade aparente

O ensaio de massa específica foi realizado seguindo os preceitos da NBR 9778/2005: Argamassa e concretos endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica.

Determinou-se a massa específica de dez composições de pasta e cinco composições de argamassa. Aplicou-se o quociente entre a massa e volume conforme equação 3-1.

$$\gamma = \frac{m}{V}$$

Equação 3.3.1

Onde:

 γ = massa específica do geopolímero (g/cm³); m = massa do corpo de prova (g); V = volume do corpo de prova (cm³)

3.3.2 Porosidade Total

Existem diferentes métodos para a determinação da porosidade total, alguns dos quais, inclusive, fornecendo a distribuição do tamanho dos poros. Um dos métodos mais simples é o que se baseia em outros dados, geralmente obtidos na caracterização do material: a densidade real e a aparente.

Para determinação da porosidade total das pastas e argamassas, foi determinada a densidade real do geopolímero preparada com H_2O_2 , resultando em 1,89 g/cm³, foi determinado pela técnica do picnômetro de hélio e a densidade aparente pelo método geométrico. A porosidade total dos geopolímeros preparados com adição distinta de peróxido de hidrogênio foram então calculados de acordo com a seguinte equação (Landi, *et al.*, 2013):

Porosidade Total =
$$[(1 - (\frac{densidade aparente}{densidade real})x 100$$

Equação 3.2

3.3.3 Módulo de elasticidade dinâmico

Segundo Mehta e Monteiro (2008), o módulo de elasticidade é uma propriedade intrínseca dos materiais que depende, entre outras coisas, da composição química, microestrutura, porosidade, geometria dos arranjos atômicos e das interações existentes entre átomos e moléculas. Consiste num parâmetro de medida da rigidez, o qual é, por seu turno, é a origem física do módulo e também da Lei de Hooke.

O equipamento utilizado para esse ensaio é da Sonelastic® da ATCP Engenharia. É um ensaio não-destrutivo do módulo dinâmico de elasticidade, módulo de cisalhamento e razão de Poisson, a partir de frequências naturais adquiridas através da técnica de excitação por impulso, e baseia-se na norma ASTM-E1876 (1999).

A técnica consiste em um pequeno impacto na extremidade do corpo de prova, sendo que no ponto médio de seu comprimento há um captador acústico. O sinal obtido passa por um processamento de FFT (Fast Fourier Transform) para obter os picos de frequências naturais de vibração. A resposta acústica é resultado do impacto no corpo de prova e é originada pelas frequências naturais de vibração. Sendo que essas dependem da massa, geometria, dimensões e principalmente do módulo de elasticidade de cada corpo de prova (ATCP Engenharia Física, 2014).

O equipamento é direcionado para amostras de tamanho pequeno com comprimento entre 20 e 100mm, e é composto por captadores (omnidirecional pedestal CA-EL-SB), suportes (SB-AP) e pulsador (manual PM-HL), equipamento fornecido pelo laboratório NANOTEC da UFSC. Para este ensaio será usado corpo de prova cilíndrico 20x60mm (pasta) para melhor capitação dos pulsos e 40x40x160mm (argamassa).

O modo de vibração utilizada nesse ensaio foi de vibração flexional, o qual permite calcular o módulo de elasticidade a partir do uso de uma razão de Poisson. Na Equação 3-3 a seguir, descreve-se o cálculo desse módulo para corpos de prova prismáticos.

$$E = 0.9465.(\frac{m \cdot f^2}{b}).(\frac{L^3}{t^3})T_1$$

Equação 3-3

m = massa (g);

L =comprimento (mm);

b = largura (mm);

t = espessura (mm);

f = frequência de ressonância fundamental flexional (Hz);

T1 = fator de correção para o modo fundamental flexional – que depende da razão de Poisson (μ) e da razão de aspecto da barra.

3.3.4 Condutividade Térmica

A condutividade térmica das amostras foi medida à temperatura ambiente, utilizando-se o equipamento C-THERM TH130041 do laboratório de nanotecnologias do PPGEC UFSC, que utiliza o método MTPS para medição da condutividade térmica. Antes de serem realizadas as medições, as amostras permaneceram em câmara climática até os 28 dias na temperatura de 24° e após foram transferidas para um dessecador a vácuo modelo TECNICAL TE-3950 por 48 horas para padronização dos ensaios. Para minimizar o erro associado às medições, foram efetuadas, no mínimo, cinco medidas para cada amostra.



Figura 19 - Medição da condutividade térmica com aparelho C-Therm

Fonte: Autor (2018).

Foram realizados ensaios em corpos de prova em pasta e argamassa, e para confirmação dos valores, algumas amostras de placas de argamassa (300x300x40)mm foram ensaias no Centro Brasileiro de Eficiência Energética em Edificações (CB3E), Universidade Federal de Santa Catarina, baseado na Norma Técnica ISO 8301:2010 – "Thermal insulation - Determination of steady-state thermal resistance and related properties - Heat flow meter apparatusem" em equipamento que mede o fluxo de calor conforme figura 20.

Figura 20 - Esquema do dispositivo medidor de resistência térmica (CB3E)



Fonte: CB3E (2018)

A resistência térmica é determinada a partir da lei de Fourier:

$$R = \frac{T1 - T2}{\frac{q}{A}}$$

Equação 3.3.4

onde *R* é a resistência térmica (m²K/W), q é o fluxo de calor médio medido pelos fluxímetros 1 e 2 (W) e T1e T2 as temperaturas médias nas superfícies das amostras.

Considerando que a amostra é homogênea, é possível determinar a condutividade térmica do material (λ)

$$\lambda = \frac{L}{R}$$

Equação 3.3.4.1

Onde λ é a condutividade térmica (W/m.K) e L é a espessura da amostra (m).

Figura 21 – Placas de argamassa geopolimérica (300x300x40)mm.



Fonte: Autor (2018)

3.3.5 Resistência à compressão

Os ensaios de resistência à compressão das amostras foram realizados em máquina universal de ensaios mecânicos marca (Instron, modelo 5569), que possui escala de velocidade de 0,005 a 5 mm/minuto. Foi mantido uma velocidade de aplicação da carga de 0,5 mm/min, até à ruptura do material.

Esse ensaio foi executado conforme as diretrizes da norma NBR 7215 (1996), que preconiza uma taxa de carregamento de $0,25\pm0,05$ MPa/s. Então, determinaram-se a resistência compressiva dos corpos de prova através do quociente entre a carga de ruptura e a área do corpo de prova, isto é:

$$Rc = \frac{F_c}{A_{cp}}$$

Equação 3-4

Onde:

Rc: resistência à compressão (MPa); Fc: carga de ruptura compressiva (N); A_{cp}: área do corpo de prova (mm2);

3.3.6 Resistencia à tração na flexão

Os Ensaios de tração da flexão, serão realizados conforme indicações das NBR 13279/05 (Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão), serão moldados em corpos de prova prismáticos (40x40x160mm). Os ensaios foram realizados em máquina universal de ensaios mecânicos marca (Instron, modelo 5569).

3.3.7 Difratometria de raios X

A técnica de Difratometria de raios X (DRX) identifica as substâncias sólidas das fases cristalinas, presentes nas amostras devido ao padrão de difração único que as estruturas cristalinas apresentam.

O ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais e Sólidos do SENAI/SC, utilizando um difratômetro da Bruker®, D8 com goniômetro theta – theta. A radiação é Ka em tubo de cobre nas condições de 40kV e 40mA. A velocidade e o intervalo de varredura do goniômetro são 1 grama de pó a 1 segundo para 0,02° do goniômetro de 2° a 72° 2 theta, respectivamente.

Em trabalhos recentes como de (Feng *et al.*, 2015; Novais *et al.*, 2016; Vaou e Panias, 2010) os ensaios de DRX mostraram que a variação na adição de H_2O_2 não influenciou nas características microestruturais do material. Por isso realizou-se o ensaio apenas no metacaulim.

3.3.8 Fluorescência de raios X

Utilizando a técnica de espectrometria por fluorescência de raios X, realizou-se uma análise química quantitativa, determinando o percentual, em óxidos, do caulim virgem.

O ensaio foi realizado no laboratório de materiais e sólidos do SENAI/SC. Utilizando o espectrômetro de fluorescência de raios X da Bruker®, modelo D8 e espectrometria de absorção atômica.

3.3.9 Granulometria a Laser

Esta técnica foi utilizada para caracterizar a granulometria média das partículas das amostras de metacaulim. A granulometria das amostras foi medida com um analisador de partículas a laser por via úmida, utilizando o álcool etílico, modelo CILAS 1064, do Instituto SENAI de Tecnologia em Cerâmica com faixa analítica de $0,04 - 500\mu$ m/100 Classes.

3.3.10 Análise visual microscópica

Para realização das imagens de superfície das amostras foi utilizado um Estereomicroscópio Binocular com Zoom, que permite a aproximação em até 90 vezes, acoplado de uma máquina fotográfica Sony com lente Leica Q.

A amostras de pasta e argamassa foram retificadas ao meio do corpo de prova, para que a imagem em duas dimensões da porosidade formada fosse padrão em todas as amostras.

O software ImageJ (Processamento e análise de imagens via Java®) foi utilizado como ferramenta auxiliar para medição do tamanho dos poros. O software através de um sistema binário, identifica poros, possibilitando a contagem, distribuição volumétrica e estimativa da porosidade no material. Segundo Campos *et al.* (2017), este método se aproxima muito do método da porosimetria por intrusão de mercúrio, em seus experimentos comparativos com alumina macro porosa obteve no máximo 7% diferença entre os métodos, nesse sentido, uma pequena

variação entre esses métodos é esperada devido à heterogeneidade da porosidade ao longo da amostra.



Figura 22 – Imagem binária para utilização em Software ImageJ®

Fonte: Autor (2018)

3.3.11 Síntese das técnicas de caracterização

No quadro 02, tem-se reunidas todas as técnicas de caracterização e os ensaios que serão utilizados no programa experimental desse trabalho.

	Técnica	Amostras	Equipamento
Material precursor	Difratometria de Raios X	Metacaulim	Bruker® D8
	Fluorescência de Raios X	Metacaulim	Bruker® D8, absorção atômica
	Granulometria a laser	Metacaulim	Cilas, modelo Cilas 1064 Liquid

massa geopolimérica	Massa Específica	P1-P11 A1-A6	Balança com exatidão de 0.001 g e paquímetro
	Módulo de Elasticidade Dinâmico	P1-P11 A1-A6	Sonelastic [®] ATCP Engenharia
	Condutividade Térmica	P1-P11 A1-A4	C-THERM TH130041
		A1, A4-A5-A6	Medidor de resistência térmica (CB3E)
ista e argo	Resistência à Compressão	P1-P11 A1-A6	Instron – 5569
Pa	Resistência à tração na Flexão	A1-A6	Instron – 5569
	Análise Visual Microscópica	P1-P11 A1-A6	Estereomicroscópio Binocular com Zoom/Sony Leica Q Software ImageJ®

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Visando melhor compreender os resultados obtidos, determinouse estatisticamente se as variações observadas foram significativas.

Portanto, para essa finalidade, realizou-se a análise de variância (ANOVA) com gráficos de contorno via metodologia de superfície de resposta (MSR).

A ANOVA permite identificar os fatores de maior efeito, bem como os níveis de interações entre esses. Já os gráficos de contorno de MSR, possibilitam a visualização gráfica do efeito desses fatores, pois cada linha de contorno corresponde a uma cota da superfície de resposta que se representa como uma superfície "sólida" em um espaço dimensional (MYERS e MONTGOMERY, 1995).

Tais análises estatísticas foram realizadas utilizando o programa Statistica 10.0 da Statsoft®.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIAZAÇÃO DO METACAULIM

4.1.1 Granulometria a Laser

O metacaulim foi submetido a uma análise de granulometria conforme apresentado na tabela 5, Ramos *et al.* (2018), utilizaram um metacaulim comercial com diâmetro médio das partículas de 9,34 μ m, enquanto que o metacaulim desta pesquisa atingiu a média de 10,82 μ m.

Alguns pesquisadores utilizam outras fonte de aluminossilicatos para produção de geopolímeros porosos, a cinza volante utilizada por Feng *et al.* (2015) tinha diâmetro médio de 150 μ m, Novais *et al.* (2016), em seu material composto por metacaulim e cinza volante mostrou que o cinza volante é geralmente mais grossa que o metacaulim, enquanto a cinza utilizada em sua pesquisa apresentava um tamanho médio de partícula 63 μ m, o valor para o metacaulim era de apenas 5 μ m. Felizardo *et al.* (2016) em seu experimento utilizou metacaulim comercial com diâmetro médio das partículas de 5 μ m resultando em um geopolímero leve com boa resistência mecânica.

Ainda segundo a NBR 12653 (2014) e a ASTM C618 (1991), para o metacaulim ser considerado um material pozolânico ele deve ter até no máximo 20% do seu material retido na peneira 0,045mm, nesta pesquisa este porcentual foi de aproximadamente 19% conforme apresentado no gráfico ilustrado na figura 21.

4.1.2 Fluorescência de Raios X

As amostras de caulim submetidas à fluorescência de raios X apresentaram os seguintes elementos em maior concentração, Si e Al e em pouca concentração Fe, K, Ca, Ti, Mg e Na.

A sílica (SiO_2) é o principal componente da matéria-prima. O óxido de alumínio (Al_2O_3) é característico nos materiais cerâmicos. Na tabela 8 pode ser observado que segundo a NBR 12653 (2014) o metacaulim está dentro dos limites indicados pela norma, mostrando ser adequado para uso como material pozolânico.

Através dos dados obtidos, pode-se recalcular as relações molares e adequar a composição caso necessário para ficar dentro das relações molares típicas para geopolímeros citadas anteriormente.

A partir da análise química, considerando a soma dos percentuais de $SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$ igual a 85,57%, que o metacaulim pode ser

classificado como material pozolânico de acordo com as normas NBR 12653 (2014) e ASTM C618 (2005) que recomendam que a soma de SiO₂ + Al_2O_3 + Fe_2O_3 , seja de, no mínimo, 70%.

4.1.3 Difratometria de Raios X

O metacaulim é um material reativo, devido ao halo amorfo bem alongado e mais acentuado na região entre 18° e 36° (em 2 theta) (Zhang *et al.*, 2012).

O procedimento adotado para calcinação do caulim transformando-o em metacaulim mostrou-se eficaz apresentando alta concentração de fases amorfas, conforme apresentado no difratograma.

Medina (2011) analisou a composição mineralógica do metacaulim e os seus resultados para difração mostraram a presença de 25,4% de fases cristalinas (quartzo, muscovita e caulinita), segundo o autor a presença da caulinita no metacaulim indica que o caulim não foi calcinado adequadamente, desta forma, com base nos resultados obtidos é possível concluir que o processo de calcinação realizado neste trabalho foi adequado para utilização do metacaulim como material precursor em geopolímeros.

4.2 PROPRIEDADES FÍSICAS E TÉRMICAS

4.2.1 Porosidade total, massa específica e morfologia dos poros

A porosidade é propriedade que mais influenciou nos resultados desta pesquisa. O aumento na porosidade ocasionado pela adição do peróxido de hidrogênio faz oscilar os dados relativos as propriedades mecânicas e térmicas dos materiais.

Um ponto relevante sobre o comportamento geral dos geopolímeros, como citado anteriormente por Komnitsas e Zaharaki (2007), é que em geral os geopolímeros são materiais mais leves e porosos do que as pastas produzidas com cimento Portland, isso é evidenciado na densidade média de $1,37g/cm^3$ do material geopolimérico produzido neste trabalho sem o aditivo incorporador de ar. Porém quando comparamos a densidade aparente da pasta geopolimérica com a densidade aparente da ragamassa geopolimérica (ambos sem adição de H_2O_2), verificamos que a densidade da pasta é menor do que a densidade da argamassa ($1,37g/cm^3 - 1,99g/cm^3$).

Este comportamento em geral não acontece em materiais a base de cimento Portland, onde segundo a NBR 13281/05 classifica que

argamassas a base de cimento Portland para areia média a densidade varie entre 1,2-1,6 g/cm³ e pastas de cimento Portland variam entre 1,8-2,0g/cm³ (STRECKER *et al.*,2014).

Este comportamento pode ser explicado pelo fato do caulim ser um material muito leve, massa unitária do caulim (aproximadamente 0,6g/cm³) em relação a massa unitária do cimento Portland e areia (aproximadamente 1,4g/cm³), e como a areia tem maior influência no volume do material, a argamassa apresenta densidade aparente maior que a pasta geopolimérica.





Em argamassas a densidade aparente reduziu em média 30% para cada adição de H_2O_2 , até a composição A4, estabilizando neste percentual, com valor mínimo obtido de 1,12g/cm³ para 0,8% de H_2O_2 . Em pastas a densidade aparente reduziu aproximadamente 10% para cada adição de peróxido, até a composição P8 (0,9%), estabilizando neste percentual, com valor mínimo obtido de 0,55g/cm³ para 0,8% de H_2O_2 (P9).

Novais *et al.* (2016) precisaram adicionar 1,2% de H_2O_2 para que seu geopolímero (pasta a base de metacaulim e cinza volante) apresentasse densidade aparente de 0,58g/cm³. Já para a argamassa geopolimérica a base de cinza volante e agregado leve de Abdollahnejad *et al.* (2015), foi preciso uma adição de 3% de H_2O_2 para que a densidade da argamassa atingisse 0,78 g/cm³.

Palmero *et al.* (2015), adicionaram peróxido de hidrogênio nas proporções de 1%, 2%, 4% e 6% em um geopolímero à base de metacaulim e verificaram que a redução na densidade aparente de suas amostras não foi significativa para adições acima de 2%, obtendo seu valor máximo de densidade para pasta em 0,36g/cm³.

Bai e Colombo (2018), afirmam que outro fator que influencia na densidade e na porosidade do material é o tamanho e morfologia dos poros. Neste trabalho a adição de peróxido resultou em um aumento significativo do tamanho médio nos poros, tanto em pasta quanto em argamassa.

A pasta geopolimérica sem adição de peróxido apresentou micro poros de diâmetro médio de 0,06mm, já na argamassa apresentou poros com diâmetro médio de 0,21mm. Com a adição do peróxido de hidrogênio o comportamento na pasta apresentou um aumento no tamanho do poro linear na ordem de 40% até a adição de 0,6% de H₂O₂, sendo que a 0,8% de adição do incorporador, o diâmetro médio dos poros atingiu o maior resultado em 1,14mm, em argamassas o comportamento foi diferente das pastas, ocorreu um aumento considerável entre as composições A1 (0%) e A2 (0,2%) (aumento de 24%), depois não ocorreu aumento significativo entre as composições A2 (0,2%) e A3 (0,4%), Para as composições entre A4 (0,6%) e A6 (1,0%) as amostras apresentaram aumento considerável, sendo que o maior valor foi encontrado para 1,0% de adição de H₂O₂ (1,05mm), conforme dados apresentados na tabela 10.

Novais *et al.* (2016), concluíram que quanto maior o teor do incorporador de ar, menor foi o número de poros por área, ou seja, poros maiores para adições maiores de peróxido. Também concluíram que o agente formador de poros também controla o volume dos poros, fator este que tem influência direta da porosidade.

$H_2O_2(\%)$	Σ Pasta (mm)	Σ Argamassa (mm)
0%	0,06	0,21
0,20%	0,52	0,26
0,40%	0,73	0,27
0,60%	0,99	0,59
0,80%	1,14	0,92
1%	1,05	1,05

Tabela 10 - Diâmetro médio dos poros por análise de imagem

Fonte: Autor (2018)

Palmero *et al.* (2015), com o auxílio de microscópio ótico, realizou a medição do tamanho médio dos poros em pastas geopoliméricas, obtendo diâmetro médios dos poros de 0,44mm-0,94mm (1% a 6% de H_2O_2), poros em geral menores em relação aos geopolímeros deste trabalho.

Acredita-se que devido à porosidade gerada durante o empacotamento do agregado nas argamassas, com adições baixas de peróxido, os gases decorrentes da decomposição do H₂O₂ devem estar se alojando nestes vazios e que para teores acima de 0,6% do peróxido estes vazios se dilatam com mais expressão fazendo com que o tamanho dos poros aumentem, sendo semelhante tanto em pasta quanto em argamassa. No entanto o comportamento descrito não pôde ser comparado devido à falta de trabalhos com argamassas geopoliméricas que relacionem o efeito da adição de incorporadores de ar com o tamanho médio dos poros. Tal proposição partiu das análises de imagem feitas com o microscópio representada da figura 24. Em pastas o comportamento é mais linear, devido ao fato de que sem a adição do agente formador de poros a estrutura apresentou somente micro poros, e conforme foram sendo adicionadas maiores concentrações de peróxido, o efeito descrito antes por Novais *et al.* (2016) foi percebido.

A adição do peróxido de hidrogênio reduziu a densidade aparente, aumentou o tamanho médios dos poros, fazendo a porosidade chegar até 77,8% em pasta, e 60% em argamassa conforme ilustrado na figura 25.



Figura 24 – Microscopia da pasta/argamassa

Fonte: Autor (2018)



Figura 25 – Porosidade total do material em função do teor de H_2O_2

Como visto na tabela 9, o tamanho médio dos poros pouco variou nas argamassas da composição A1-A3, porém a porosidade neste intervalo aumentou com comportamento linear e taxa de crescimento próximo a 25%, mostrando que apesar do tamanho médios dos poros não ter variado, o volume de poros aumentou, elevando sua porosidade. Para as composições entre A4-A6 a porosidade teve pouca variação, ficando próximo a 60%, neste caso aconteceu o inverso do comportamento anterior, observou-se aumento no tamanho médio dos poros, porém menor volume de poros.

Em pastas a porosidade do material apresentou um aumento linear com taxa média de 7,8% até a adição de 0,8% de H_2O_2 , (porosidade máxima 77,83%) e a partir da composição P10 foi observado uma redução na porosidade.

Em pastas geopoliméricas, vários pesquisadores através da incorporação de ar, conseguiram obter altas porosidades, Vaou e Panias (2010) obtiveram 89% em sua pasta geopolimérica a base de perlita, Novais *et al.* (2016) 72,5% de porosidade, Palmero *et al.* (2015) obtiveram 75% de porosidade para sua pasta geopolimérica a base de metacaulim com composição semelhante a este trabalho.

No entanto, segundo estudos de Bai e Colombo (2018), elevar a porosidade a valores acima de 85% pode gerar um material fraco, com poucas aplicações na construção civil.
4.2.2 Resistência à compressão

Os resultados obtidos nos ensaios de resistência à compressão demonstram, de um modo geral, que os resultados obtidos reduzem proporcionalmente com o aumento da porosidade.

Neste trabalho foram analisados apenas as resistências após 28 dias de moldagem. Essa decisão foi amparada com base em diversos trabalhos como de Zhang *et al.* (2012), Pelisser *et al.* (2013), Novais *et al.* (2016) etc., estes autores demonstraram que o grande incremento de resistência à compressão ocorre substancialmente até os 28 dias. Os mesmos autores afirmam que a estabilização das reações ocorre até os 100 dias.

Os ensaios foram realizados tanto em pasta quanto em argamassa, conforme descrito no capítulo de metodologia. O gráfico da figura 26 apresenta as curvas médias de resistência à compressão para argamassas e pastas analisadas em função do teor de adição de peróxido de hidrogênio. É possível observar que há uma correlação entre os resultados obtidos, porém com alguns pontos a serem observados.





Em pastas, o comportamento da variação da resistência à compressão em função da adição do agente formador de poros ocorreu da seguinte forma: de P1-P2 apresentou uma redução de 18,7 MPa (30%), de P2-P6 a perda média foi de 4,0 MPa para cada composição. A partir da composição P6 (0,5% de H_2O_2), a redução na resistência não foi

significativa, sendo o menor valor obtido de 15,46 MPa para composição P11 (1,0% de H_2O_2).

A maioria dos autores que trabalharam com geopolímeros porosos, conseguiram para densidade aparente menor $0.7g/cm^3$, resistência a compressão inferior a 5,0 MPa (BAI E COLOMBO, 2018), somente Bai *et al.* (2016) em seu geopolímero a base de metacaulim e utilizando H₂O₂ e aditivo surfactante, para formação de poros, conseguiu atingir resistência a compressão de 8,83 MPa para uma densidade de 0.59g/cm³.

Esta resistência elevada do geopolímero poroso é consequência de trabalhos anteriores como de Pelisser *et al.* (2013) e Ramos *et al.* (2018), que conseguiram desenvolver composições ideais para a pasta geopolimérica, trabalhando com relações molares ideais, que serviram de base para este trabalho.

Em argamassa observou-se uma perda de resistência bem acentuada entre as composições A1 e A2, 55 MPa e 17,35 MPa respectivamente (lembrando que a porosidade aumentou 25% entre as composições), da composição A3-A6 a perda média de resistência foi de 2,5 MPa, obtendo seu menor valor para composição A6 de 3,8 MPa. Em alguns ensaios convencionais de argamassa a base de cimento Portland a recomendação é que a resistência a compressão de argamassa seja de no mínimo 1,5 MPa (NBR 13279/2005).

As composições P1 e A1apresentaram resistência à compressão semelhante (61 MPa pasta e 55 MPa argamassa), porém com 1,0% de adição de peróxido de hidrogênio, o valor apresenta 400% de diferença (Pasta 15,4 MPa, argamassa 3,8 MPa). Nestas duas composições (P11 e A6), o tamanho médio dos poros era de 1,15mm, provavelmente como o material que envolve os poros em argamassa contem mais materiais inertes (presença da areia), isso proporciona uma menor energia de ligação entre os poros, criando mais pontos de fragilidade.

Abdollahnejad *et al.* (2015), adicionando H_2O_2 e variando a relação ativador/ligante conseguiram atingir resistência à compressão em argamassa geopolimérica leve com adição de 1,0% do agente formador de poros entre 3,5 e 4,5 MPa, quando adicionou 3,0% de peróxido a resistência a compressão na argamassa reduziu para 0,3 MPa.

A análise estatística correlacionando à resistência a compressão, com o tamanho médio dos poros e a porosidade total em pasta, mostrou que estas duas variáveis (porosidade e tamanho dos poros) possuem a mesma correlação com a resistência à compressão ($R^2=0,89$). Já em argamassa, a porosidade tem mais correção com a resistência à compressão ($R^2=0,8$) do que o tamanho médio dos poros, que apresentou pouca correlação ($R^2=0,67$), este comportamento em argamassa está mais evidenciado entre as composições A1 e A3, onde o tamanho médio dos poros teve pouca alteração (0,21mm-0,27mm) e a resistência à compressão teve grande redução (55,31 MPa-11,29 MPa).

4.2.3 Tração na Flexão

Assim como nos ensaios de resistência à compressão, também foram verificadas as resistências da tração na flexão em corpos de prova prismáticos de argamassa (A1-A6).

Conforme figura 27, os ensaios mostram que o comportamento é similar à resistência à compressão com redução no valor da resistência com o aumento da porosidade.



Figura 27 – Tração na flexão em argamassa geopolimérica com teor de H₂O₂

A resistência inicial da argamassa, sem a adição do agente formador de poros resultou em uma resistência à tração na flexão de 3,96 MPa, este valor é considerado alto quando comparado com outras argamassas geopoliméricas. Palmero *et al.* (2015) para argamassa geopolimérica à base caulim calcinado, com 30% de agregado obtiveram 2,2 MPa de resistência. Os mesmos autores também realizaram uma comparação entre a resistência à flexão de pasta e argamassa. A substituição parcial da mistura geopolimérica com areia de quartzo (30% em peso em relação à massa total) mostrou uma diminuição drástica da resistência à flexão, razoavelmente imputada às fissuras observadas na interface pasta/areia.

Com a adição de 0,2% de H_2O_2 , a amostra apresentou um decréscimo significante (3,96 MPa para 1,17 MPa). Tal comportamento

foi similar a resistência à compressão, porém após os demais acréscimos, não se observou mais redução significativa, a média foi de 0,2 MPa até a composição A5 (0,49 MPa), estabilizando este valor em 0,5 MPa.

Shiu *et al.* (2014), utilizando pó de vidro como agregado e H_2O_2 como agente formador de poros em geopolímeros à base de metacaulim, verificaram que a redução média na resistência à tração na flexão, para os teores de 1,0% a 2,0% do agente formador de poros, com teor de argamassa similar a esta pesquisa, resultaram em uma redução de 10% na resistência. Caso o modelo (MAS) fosse aplicado nesta pesquisa, a resistência a tração na flexão estaria por volta de 0,45 MPa para adição de 2,0% de H_2O_2 .

Bumanis *et al.* (2017), trabalharam a relação Sílica/Alumina em geopolímeros porosos à base de argilas calcinadas e pó de alumínio, obtendo pastas com porosidade total entre 71% e 78,6%, seus resultados de tração na flexão variaram entre 0,6 MPa e 2,1 MPa, segundo os mesmos autores, uma resistência ligeiramente maior foi observada para amostras com maior densidade, além disto, os resultados de resistência à flexão mostraram uma tendência similar aos resultados de resistência à compressão, esta relação entre resistência à compressão e tração na flexão também foi observada nesta pesquisa.

A análise estatística mostrou que a porosidade apresenta maior correção do que o tamanho dos poros para explicar os resultados de tração na flexão, apesar de o comportamento não ser linear ($R^2=0,79$).



Figura 28 - Correlação entre Porosidade e Tração na flexão em argamassas

A queda na resistência à tração na flexão para as primeiras adições de peróxido de hidrogênio está correlacionada com o aumento na porosidade do material, após a composição A4 (0,6%) não houve mais redução significativa, comportamento similar a porosidade total.

4.2.4 Módulo de Elasticidade Dinâmico

O módulo de elasticidade dinâmico apesar de ser considerado um ensaio complementar, apresenta uma boa relação com os valores obtidos nos ensaio de resistência à compressão além de mostrar como citado por (Bastos *et al.*, 2010) que o ensaio de emissão de ondas ultrassônicas é capaz de detectar a influência de uma base porosa no módulo de elasticidade dos materiais.

O módulo de elasticidade dos geopolímeros depende de vários parâmetros, incluindo a microestrutura, composição química (relação Si/Al e tipo de álcali empregado, K^+ ou Na⁺), e a temperatura de cura (ROCHA *et al.*, 2018).

Porém, Duxson *et al.* (2007), sugeriram que o módulo de elasticidade longitudinal dos geopolímeros é determinado principalmente pela sua microestrutura, em vez de sua composição ou resistência mecânica. Um aumento no módulo de elasticidade é principalmente um resultado de boa homogeneidade da amostra.

Neste trabalho os resultados mostraram um comportamento semelhante entre o módulo da argamassa e da pasta geopolimérica, módulos para as composições P1 e A1 (21,1 GPa e 18,1 GPa, respectivamente), indicando que foi obtida uma boa homogeneidade do material. Até a adição de 0,4% de peróxido, os resultados mostraram que o módulo da pasta foi ligeiramente superior ao módulo da argamassa. Este comportamento não é comum em materiais a base de cimento Portland, onde o agregado tem o papel de proporcionar maior rigidez ao material, aumento o módulo de elasticidade, pois a matriz cimentícia possui geralmente resistência inferior aos agregados (ROHDEN, 2015). Nos geopolímeros, este comportamento diferenciado, pode estar relacionada a alta resistência da matriz ligante, que quando comparada com os agregados utilizados, possui resistência equivalente.

Com adições superiores a 0,6% de peróxido, o módulo de elasticidade da pasta e da argamassa não apresentaram diferenças significativas. O valor do módulo continuou reduzindo obtendo-se 2,6 GPa para a adição de 1,0% de H₂O₂. Este comportamento pode estar associado a estabilização da porosidade na matriz geopolimérica.



Figura 29 – Módulo dinâmico em pasta/argamassa x percentual de H2O2.

Yliniemi *et al.* (2017), avaliaram o módulo de elasticidade de argamassas geopoliméricas com densidade aparente média de 1,9g/cm³ e obtiveram módulos entre 20 GPa e 27 GPa, os mesmos autores observaram também que densidade aparente menor do composto resultou em módulos menores, composto este, que também foi observado neste trbalho.

4.2.5 Condutividade Térmica

Segundo Bai e Colombo (2018), em diversos materiais como: polímeros, cerâmicas, metais, o comportamento esperado é de a condutividade térmica diminua com o aumento da porosidade.

Porém para Novais *et al.* (2016), outros fatores como a microestrutura, morfologia dos poros, composição química, também influenciam diretamente na condutividade térmica.

Neste trabalho, um ponto a ser observado é que a condutividade térmica da pasta geopolimérica, sem a adição de peróxido, apresentou um valor elevado de 0,60 W/m.K, quando comparada a trabalhos semelhantes como o de Novais *et al.* (2016) e Abdollahnejad *et al.* (2015) que obtiveram valores na ordem de 0,30 W/m.K. Este comportamento pode estar associado ao tamanho dos poros e à composição química e mineralógica utilizados pelos demais autores, que utilizaram compostos de metacaulim e cinza e volante, já que a porosidade foi semelhante nos três trabalhos (~ 40%), assim como com as condições de ensaio.

Em pasta, observou-se uma redução significativa na condutividade térmica até a composição P8 (0,7% de H_2O_2), as composições P9, P10 e P11 apresentaram condutividade térmica com pouca variação atingindo o menor valor de 0,19 W/m.K.

Em argamassa, conforme o incremento do agente formador de poros, o comportamento foi semelhante à pasta, porém os valores de condutividade térmica se estabilizaram a partir da composição A4, obtendo o menor valor para composição A5, com condutividade térmica de 0,36 W/m.K.



Figura 30 - Condutividade térmica em pasta e argamassa

Como dois equipamentos distintos foram utilizados para medição da condutividade térmica em argamassa (C-Therm e medidor de resistência térmica), optou-se por refazer os ensaios para melhor traçar a curva do comportamento da condutividade térmica, conforme observado na tabela 10, houve diferença significativa para composição A1, porém também foi verificado diferença na densidade da amostra (9,36% mais densa), o que se pode relatar é que provavelmente o tamanho do corpo de prova pode ter favorecido um maior adensamento da amostra, que resultou nesta diferença para esta composição, visto que para a composição A4, a densidade e a condutividade foram semelhantes.

H ₂ O ₂ wt(%)	C-therm	Fluxímetro	Diferença (%)
0	0,877	1,060	17%
0,6	0,354	0,360	2%
0,8	-	0,400	-
1	-	0,430	-

Tabela 11 – Comparativo entre dois métodos de medição de Condutividade térmica.

Fonte: Autor (2018)

Outro ponto que afeta a condutividade térmica é a distribuição dos poros, ainda segundo (Vivaldini *et al.*, 2014), a porosidade total e o tamanho de poros são variáveis fundamentais, sendo que quanto maior a fração volumétrica de poros menor a condutividade térmica. poros com tamanho entre 0,5 e 4 μ m são os mais eficazes para a redução da condutividade térmica, devido à menor permeabilidade e elevada capacidade de espalhamento conferida à microestrutura.

Constatou-se que a condutividade térmica tendeu a diminuir com o aumento da porosidade. A maior quantidade de vazios reduziu a condutividade térmica devido à menor condutividade do ar incorporado às amostras, comparativamente à mesma propriedade do material cerâmico. Como pode ser verificado, foi possível produzir geopolímeros com valores de condutividade térmica inferiores a 0,20 W/m.K, evidenciando a possibilidade de aplicação da técnica para produção de geopolímeros para fins de isolação térmica.

Em sua revisão sobre geopolímeros porosos, Bai e Colombo (2018), relataram que para composições semelhantes a este trabalho, a condutividade térmica em pasta variou entre 0,10 W/m.K e 0,6 W/m.K. Segundo o mesmo autor, o uso de cinza volante no material precursor, proporcionou uma condutividade térmica levemente inferior, porém em contrapartida resistência mecânica muito inferior.

A condutividade térmica em argamassas foi superior a condutividade térmica em pasta, este comportamento seguiu o mesmo comportamento da densidade aparente das amostras, porém não foi encontrado até o presente momento, trabalhos que fizessem esta correlação, o que se pode relatar é que Abdollahnejad *et al.* (2015), conseguiram produzir argamassa geopolimérica porosa a base de cinza volante, adicionando 3% de peróxido, com densidade aparente de 0,9g/cm³, atingir condutividade térmica de 0,2 W/m.K. Como as composições eram diferentes, provavelmente a cinza volante tenha comportamento distinto para a produção de argamassa geopolimérica.

Um dado relevante para esta pesquisa foi a relação entre condutividade térmica e resistência a compressão. Entre os trabalhos pesquisados, na maioria dos casos, geopolímeros com condutividade térmica abaixo de 0,2 W/m.K, resultaram em resistência a compressão inferior a 5 MPa (BAI e COLOMBO, 2018). Nesta pesquisa, o bom desempenho mecânico da pasta, mesmo com a incorporação de poros foi observado, obtendo resistência à compressão de 16,6 MPa quando a condutividade térmica era de 0,19 W/m.K.

Figura 31 – Variação da resistência à compressão e condutividade térmica em função do teor de H₂O₂ em pasta.



Este comportamento foi similar em argamassas até adição de 0,6% de H_2O_2 , obtendo resistência à compressão neste ponto de 9,36 MPa quando a condutividade térmica era de 0,36 W/m.K. Porém após mais adições do agente formador de poros não foi observado correlação estatística válida, a resistência a compressão foi reduzindo, enquanto que a condutividade térmica foi aumentando. Segundo Novais *et al.* (2016), é esperado que composições onde o tamanho médio dos poros for relativamente grande, que a resistência a compressão seja reduzida pelas falhas de ligação entre os poros e a condutividade térmica alta, devido à alta absorção de água.



Figura 32 - Variação da resistência à compressão e condutividade térmica em função do teor de $\rm H_2O$ em argamassa

4.2.6 Análise adicional – Umidade relativa

Observou-se também que a umidade relativa do ambiente de cura das amostras pode afetar no tamanho médio dos poros, na distribuição dos poros e na porosidade. Com umidade relativa a 30% os poros apresentaram maior fração volumétrica do que com umidade superior a 90%, isto provavelmente ocorreu pela saturação do ambiente que prejudica na liberação dos gases para formação dos poros.

A figura 33 apresenta um comparativo visual da formação de poros com variação na umidade de cura e na sequência a figura 34 apresenta o gráfico comparativo do tamanho médio dos poros para variação da umidade.



Umidade de cura 30%

Legenda: (a) $H_2O_2 0\%$; (b) 0,1%; (c) 0,2%; (d) 0,4%; (e)0,6%; (f)0,8%; (g)1,0%(a.1) $H_2O_2 0\%$; (b.1) 0,1%; (c.1) 0,2%; (d.1) 0,4%; (e.1)0,6%; (f.1)0,8%; (g.1)1,0Obs.: Todas as imagens encontram-se na mesma escala

Umidade de cura > 90%

Figura 34 – Relação entre o diâmetro médio dos poros com duas umidades de cura em função do teor de H₂O₂.



É notório que o tamanho médio dos poros em ambiente de cura saturado foi ligeiramente menor do que comportamento do tamanho dos poros com umidade de cura a 30%. Para a composição P9 (0,8% de H₂O₂), esta diferença no tamanho médio chegou a 0,27mm. Apesar desta diferença, para algumas composições esta diferença não foi significativa.

Na figura 35 está apresentado a diferença na porosidade total ocasionado pela diferença de umidade de cura, foi possível observar que o ambiente de cura influenciou significativamente a porosidade do material para adições de agente formador de poros acima de 0,3%.



Figura 35 – Comparativo entre a porosidade total com duas umidades de cura em função do teor de aditivo.

4.2.7 Conclusões relativas às propriedades mecânicas e térmicas

A adição de H_2O_2 como agente formador de poros, mostrou ser um método eficaz para formação de geopolímeros porosos. Neste trabalho foi possível produzir composições geopoliméricas com porosidade de até 77,83%.

Esse aumento na porosidade foi consequência da adição do peróxido de hidrogênio na mistura até 0,8% em peso, após esta adição não foi observado aumento significativo.

Para adição de 0,8% do agente formador de poros a condutividade térmica em pasta foi de 0,198 W/m.K, valor este equiparado a bons materiais isolantes como o concreto aerado conforme tabela 12.

A resistência à compressão em pasta e argamassa geopolimérica, aliada a boa resistência à tração na flexão em argamassa, possibilitam o seu uso futuro como elemento de vedação com fins de isolamento térmico. Em trabalhos semelhantes, porém com materiais precursores diferentes, geralmente a resistência a compressão foi em média, 3 vezes menor, quando comparamos compósitos com densidades semelhantes, e a resistência a tração na flexão ficou acima do exigido pelas normas de desempenho em argamassas (NBR 13279/2005).

Geopolímero de metacaulim	580	0,198	16,6	-	-
Geopolímero de MC + CV	520	0,13	0,98	-	Felizardo (2011)
Geopolímero de cinza volante	560	0,107	1,23	-	Novais (2016)
Lã de rocha	10-400	0,032 - 0.050	-	Isolamento térmico e acústico	Novais (2016)
Lâ de vidro	13-100	0,030 - 0.045	-	Isolamento térmico e acústico	Novais (2016)
Fibra de vidro	150-300	0,070 - 0.092	0,12 - 0,14	Isolamento térmico e acústico	Panias (2010)
EPS	20-80	0,025 - 0,035	-	Pavimentos e isolamento térmico de coberturas	Panias (2010)
Cimento expandido com vermiculita	300-500	0,076 - 0,105	0.20 - 1,0	Preservação do calor	Zhang (2011)
Concreto aerado	400-700	0,093 - 0,200	4	Construção Civil	Zhang (2011)
	(Kg/m³)	térmica (W/m.K)	RC (IVIP a)	Referencia de Aplicação	Fonite
Material de construção	Densidade aparente	Condutividade		Poforôncia do Aplicação	Fonto

Tabela 12 - Propriedades Termofísicas de geopolímeros leves e materiais de construção comuns de baixa condutividade térmica.

Fonte: Autor (2018)

Através de probabilidade estatística, pela função que correlaciona a porosidade total com a condutividade térmica, é provável que um material com as mesmas características desde geopolímero, obtivesse seu melhor desempenho térmico caso a porosidade fosse de 85%. Para que tal fato fosse possível, maiores adições ou a utilização de outros meios para gerar porosidade devem ser testados.

Na figura 36 é apresentada a correção entre porosidade e condutividade térmica em pastas.

Figura 36 - Porosidade total e condutividade térmica de geopolímeros (curados por 28 dias) produzidos em função do agente formador de poros.



O comportamento seguiu a tendência relatada anteriormente pelo demais pesquisadores, mostrando que o aumento progressivo da porosidade reduziu a condutividade térmica. A partir da amostra P8, não acorreu mais aumento significativo na porosidade, fato que também fez estagnar a curva representativa da redução na condutividade térmica.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho verificou-se as propriedades mecânicas e térmicas de geopolímeros a base de metacaulim.

A adição do agente formador de poros (H_2O_2) mostrou-se eficaz para o aumento na porosidade do material, o que consequentemente fez melhorar a sua condutividade térmica e uma redução nos resultados respectivos as resistências mecânicas.

Para adições até 0,8% em peso de peróxido de hidrogênio, observou-se ser o valor ideal para a composição desta pesquisa, visto que valores acima deste limite ocasionaram redução nos parâmetros desejados.

O custo de produção deste material por metro cúbico segundo (Novais *et al.*, 2016), para um geopolímero a base cinza volante em 2016 era de 155 m^3 , o que gera um custo atual convertido em 699,00 R\$/m³. Este valor é equiparado ao custo nacional para produção de concreto celular auto clavado.

Figura 37 - Custo de materiais comuns de baixa condutividade térmica por unidade de volume.



Fonte: (Novais et al., 2016), adaptado pelo autor.

5.1 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Durante a elaboração dessa pesquisa, constataram-se alguns aspectos relevantes que podem contribuir com o objetivo de utilizar o geopolímero de metacaulim como isolante térmico.

Desta forma para melhorar sua condutividade térmica e atingir uma porosidade total superior sem redução de resistência mecânica outros fatores podem ser estudados, tais como:

- Utilização de outros agentes formadores de poros;
- Utilização de compósitos com agregados leves;
- Utilização de maquinas ou equipamentos que através de agitação mecânica favoreçam a formação de poros;
- Testar outras temperaturas de curas;

Por fim, apesar da pequena fração volumétrica na composição $(\pm 4\%)$ o uso de hidróxido de sódio e peroxido de hidrogênio são produtos cujo a comercialização em grande escala requerem o controle de órgãos fiscalizadores, desta forma pesquisas futuras que visem a substituição destes produtos serão positivas para as questões relacionas a segurança.

REFERÊNCIAS

ABDOLLAHNEJAD, Z.; PACHECO-TORGAL, F.; FÉLIX, T.; TAHRI, W.; BARROSO AGUIAR, J. **Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam**. Construction and Building Materials, volume 80, P. 18-30, 2015.

AKUTSU, M.; SATO, N. M.N.; PEDROSO, N.G. Desempenho térmico de Edificação Habitacional e Escolares: manual de procedimentos para avaliação. São Paulo, IPT, 74p, 1987

AL-AJLAN, S. A. Measurements of thermal properties of insulation materials by using transient plane source technique. Applied Thermal Engineering, volume 26, P. 2184-2191, 2006.

ALLOUHI, A.; EL FOUIH,Y.; KOUSKSOU, T.; JAMIL, A.; ZERAOULI, Y. MOURAD. Energy consumption and efficiency in buildings: current status and future trends. Journal Cleaner Production. volume 109, P. 118-130, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM C 618: Flay ash and raw or calcined natural pozzolan for use as a mineral admixture Portland cement concrete. ASTM International. Pennsylvania, United States, 2012.

ANGELIN, A. F. Análise dos desempenhos físicos, mecânicos, termo acústicos e microestruturais do concreto leve auto adensável emborrachado. Tese de Doutorado, Unicamp, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1992.

____.NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação. Rio de Janeiro, 2015.

____.NBR 9778: **Argamassa e concreto endurecidos** - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

____.NBR 13279: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro. 2005

____.NBR 12653: Materiais pozolânicos – Especificação. Rio de Janeiro, 1992.

ATCP ENGENHARIA FÍSICA. **Impulse Excitation Tecnique**. ATCP Engenharia Física, 2014. Disponível em: < http://www.atcp.com.br-/pt/produtos/caracterizacaomateriais/sonelastic/tecnica-excitacaoimpulso.html > Acesso em: 10 Junho 2017.

BAI, C.; FRANCHIN, G.; COLOMBO, P. **High strength metakaolin-based geopolymer foams with variable macroporous structure**. Journal of the European Ceramic Society, volume 36, P. 4243-4249 2016.

BAI, C.; COLOMBO, P. **Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A review**. Ceramics International, volume 44, P. 16103-16118, 2018.

BARBOSA, V. F. F.; MACKENZIE, K.J.D.; THAUMATURGO, C Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymers of alumina and silica: Sodium polysialate polymers. International Journal of Inorganic Materials, volume 2, P. 309-317, 2000

BASTOS, P.; LEMONGE A.; SIGILIANO V.; RESENDE S. Estudo do módulo de elasticidade de argamassas de revestimento sujeitas à sucção de água pela base. 3º Congresso Português de Argamassas de Construção, 2010.

BORGES, P. H. R.; LOURENÇO, T. M. F.; FOUREAUX, A. F. S.; PACHECO, L. S. Estudo comparativo da análise de ciclo de vida de concretos geopoliméricos e de concretos à base de cimento Portland composto (CP II). Ambiente Construído, Porto Alegre, volume 14, p. 153-168, 2014.

CAMPOS, J. V.; LAVAGNINI I.; FERREIRA J.; MONTRAZI E.; BONAGAMBA T.; PALLONE E. Análise comparativa entre diferentes ensaios porosimétricos em alumina macroporosa. Revista Materia, volume 22, 2017. CLAUSER, C. E HUENGES, E. Thermal conductivity of rocks and minerals. Americam Geophysical Union, Volume 3, P. 105–126, 1995.

CRIADO, M.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ A.; DE LA TORRE A.; ARANDA B.; PALOMO A. An XRD study of the effect of the SiO₂/Na₂O ratio on the alkali activation of fly ash. Cement and Concrete Research, volume 37, P. 671-679, 2007.

COLANGELO, F. *et al.* Mechanical and thermal properties of lightweight geopolymer composites. Cement and Concrete Composites, volume 86, P. 266–272, 2018.

DAVIDOVITS, J. **Mineral polymers and methods of making them**: US n. P: 4349386, 1982.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials. Journal of Thermal Analysis, volume 37, P. 1633-1656, 1991.

DUXSON, P.; PROVIS J.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ A. **Geopolymer technology: the current state of the art**. Journal of Materials Science, volume 42, P. 2917–2933, 2006.

DUXSON, P.; VAN DEVENTER J.; LUKEY J. Physical evolution of Na-geopolymer derived from metakaolin up to 1000 °C. Journal of Materials Science, volume 42, P. 3044–3054, 2007.

DUXSON, P.; VAN DEVENTER J.; LUKEY J.; MALLICOAT S.; KRIVEN W. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, volume 292, P. 8–20, 2007.

FELIZARDO, V. *et al.* **Desenvolvimento de geopolímeros de baixa condutividade térmica.** Revista Materia, volume 21, P.429-436, 2016.

FENG, J.; ZHANG R.; GONG L.; LI Y.; CAO W.; CHENG X. **Development of porous fly ash-based geopolymer with low thermal conductivity**. Materials & Design (1980-2015), volume. 65, p. 529–533, 2015.

FERNÁNDEZ JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Composition and

microstructure of alkali activated fly ash binder: Effect of the activator. Cement Concrete Research. volume 35, P. 1984–1992, 2005

FRANCHIN, G. *et al.* **Direct ink writing of geopolymeric inks.** Journal of the European Ceramic Society, volume 37, P.2481-2489, 2017.

GUTHS, S. *et al.* Transient method for measuring thermal properties of building materials. Proceedings of the International Centre for Heat and Mass Transfer. 1991.

JAY, G. S. NAZARI, A., CHEN, L., NGUYEN, G. H. **Physical and** mechanical properties of lightweight aerated geopolymer.53 Construction and Building Materials, Volume 79, P. 236-244, 2005.

KIM, H. K.; JEON J. K.; LEE H. K. Workability, and mechanical, acoustic and thermal properties of lightweight aggregate concrete with a high volume of entrained air. Construction and Building Materials, volume 29, P.193-200, 2012.

HERVÉ, P. K. Elaboration de ciments geopolymeres poreux par utilisation du peroxyde d'hydrogene comme agent porogene. 2013. 55 p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Química, Universidade de Yaoundé I, Yaoundé, Camarões, 2013

HUAMAN, R. N. E.; JUN, T. X. Energy related CO₂ emissions and the progress on CCS projects: a review. Renew. Sustain. Energy Rev. volume 31, P. 368-385, 2014.

KOMNITSAS, K.; ZAHARAKI, D. Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry. Minerals Engineering, volume 20, P. 1261–1277, 2007.

KOSTUCH J.A. JONES T. R.; WALTERS G.V. **High performance** concretes incorporating metakaolin: a review. In: DHIR R.K, JONES M.R, editors. Concrete 2000, economic and durable concrete through excellence. London: E & FN Spon; P. 1799-1811, 1993.

KOVÁŘÍK, T. *et al.* Synthesis of open-cell ceramic foam derived from geopolymer precursor via replica technique. Materials Letters, volume 209, P. 497-500, 2017.

LEE, S. *et al.* Three-dimensional quantification of pore structure in coal ash-based geopolymer using conventional electron tomography.

Construction and Building Materials, volume 52, P. 221–226, 2014.

LIN, K. L. SHIU H.; SHIE J.; CHENG T.; HWANG C. Effect of composition on characteristics of thin film transistor liquid crystal display (TFT-LCD) waste glass-metakaolin-based geopolymers. Construction and Building Materials, volume 36, P. 501-507, 2012.

LONGHI, M. A. Álcali-ativação de lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo. 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

LOTHENBACH, B.; SCRIVENER K.; HOOTON R. D. **Supplementary cementitious materials.** Cement and Concrete Research, volume 41, P. 1244-1256, 2011.

MARQUES, J. I. S. Geopolimerização de cinzas e dregs da indústria de pasta de papel. Dissertação de Mestrado, Universidade de Aveiro, Aveiro, Portugal. 2013.

MEDINA, E. P. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento Portland e hidróxido de cálcio**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

MEHTA, P. K. **High-performance**, **high-volume fly ash concrete for sustainable development**. International Workshop on Sustainable Development and Concrete Technology, P.3–14, 2004.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. Concreto: microestrutura, propriedades e materiais. 3. ed. São Paulo: Pini, 2008. 674 p.

MELO, L. G. de A. **Síntese e caracterização de geopolímeros contendo filitos**, 2011. 184f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Departamento de Ciência e Tecnologia, Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro, 2011.

MOESGAARD, M.; HERFORT D.; STEENBERG M.; FRANK L.; YUE Y. **Physical performances of blended cements containing calcium aluminosilicate glass powder and limestone**. Cement and Concrete Research, volume 31, P. 359–364, 2011. MONTE, M. B.; PAIVA P. R.; TRIGUEIRO F. E. **Técnicas Alternativas para Modificação do Caulim**. Rio de Janeiro: Cento de Tecnologia Mineral (CETEM), Série Rochas e Minerais Industriais, Volume 8, P.50, 2003.

NEJAT, P.; JOMEHZADEH F.; TAHERI M.; GOHARI M.; MAJID M .G. A global review of energy consumption, CO₂ emission and policy in the residential sector (with an overview of the top ten CO₂ emitting countries). Renew. Sustain Energy. volume 43, P. 843 e 862, 2015.

NITA, C.; DIAS C. M.; JOHN V. M.; SAVASTIANO H. J. Effectof metakaolin in the performance of PVA and cellulose fibers reinforced cement. In: International Conference on Inorganic - Bonded Composite Materials, volume 9, 2004.

NOVAIS, R. M.; BURUBERRI L.H.; ASCENSÃO G.; SEABRA M.P.; LABRINCHA J.A. **Porous biomass fly ash-based geopolymers with tailored thermal conductivity**. Journal of Cleaner Production, volume 119, P. 99-107, 2016.

PALMERO, P.; FORMIA A.; ANTONACI P.; BRINI S.; TULLIANI J. Geopolymer technology for application-oriented dense and lightened materials. Elaboration and characterization. Ceramics International, volume 41, P. 12967-12979, 2015.

PALOMO, A.; GRUTZECK M.W.; BLANCO M.T. Alkali-activated fly ashes: A cement for the future. Cement and Concrete Research, volume 29, P. 1323–1329, 1999

PALOMO, A.; ALONSO S.; FERNANDEZ-JIMENEZ A.; SOBRADOS I.; SANZ J. Alkaline Activation of Fly Ashes: NMR Study of the Reaction Products. Journal of the American Ceramic Society, volume 87, P. 1141–1145, 2004.

PAPA, E. *et al.* Synthesis of porous hierarchical geopolymer monoliths by ice-templating. Microporous and Mesoporous Materials, volume 215, P. 206-214, 2015.

PELISSER, F. GUERRINO E. L.; MENGER M.; MICHEL M. D.; LABRINCHA J. A. **Micromechanical characterization of metakaolinbased geopolymers**. Construction and Building Materials, volume 49, p. 547–553, 2013. PROVIS, J.L; VAN DEVENTER, J.S.J. Introduction to geopolymers, In Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, Geopolymers, Volume 1, P. 1-11, 2009.

REDDY, S.M., DINAKAR, P.K, HANUMANTHA, R. A review of the influence of source material's oxide composition on the compressive strength of geopolymer concrete. Microporous and Mesoporous Materials, Volume 234, P. 12-23, 2016.

ROMANO, R. C. O. **Incorporação de ar em materiais cimentícios aplicados em construção civil**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

ROVNANÍK, P. Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer. Construction and Building Materials, volume 24, P. 1176–1183, 2010.

SAAD, M. N. A. *et al.* **Properties of mass concrete containing an active pozzolan made from clay**. Concrete International, volume 4, P. 59-65,1982.

SACHT, H. M.; ROSSIGNOLO, J.A.; SANTOS, W.N. Avaliação da condutividade térmica de concretos leves com argila expandida. Revista Matéria. volume 15, P. 31-39, 2010.

SANTA, R. A. A. B. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da industria de papel**. Florianópolis, 2012. 134 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

SANTOS, P. S. **Ciência e Tecnologia de Argilas** – 2^a edição revisada e ampliada. Editora Edgard Blücher Ltda. Volume 1, 340p. 1989.

SHI, C.; FERNÁNDEZ JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement. Cement and Concrete Research, volume 41, P. 750–763, 2011.

SHI, C.; KRIVENKO P.V.; ROY D. Alkali-Activated Cements and Concretes. Materials Research, p. 388, 2006.

SHIU, H. S.; LIN K.; CHAO S.; HWANG C.; CHENG T. Effects of foam agent on characteristics of thin-film transistor liquid crystal display waste glass-metakaolin-based cellular geopolymer. Environmental Progress and Sustainable Energy, 2014.

SMITH, D. S.; BOURRET J.; ALZINA A.; NAIT-ALI B. **Thermal** conductivity of porous materials. Journal of Materials Research, volume 33, P.2565-2571, 2013.

SONAFRANK, G. H. C., **Investigating 21 Century Cement Production. Cold Climate**. Housing Research Center (CCHRC). Alaska, P.114, 2010.

STRECKER, K.; SILVA, C. A.; PANZERA, T. H.. Fabricação e caracterização de compósitos a base de cimento com incorporação de poliestireno expandido (isopor). Cerâmica, São Paulo, volume. 60, n. 354, p. 310-315, 2014.

STROZI C. M. COLOMBO P.; MORELLI M. R. Geopolymer foams by gelcasting. Ceramics International, volume 40, p. 5723–5730, 2014.

USGS. **Cement, mineral commodity summaries**. Cement statistics and information – annual publications, U.S. Department of the Interior, U.S. Geological Survey, 2011.

VAOU, V.; PANIAS, D. Thermal insulating foamy geopolymers from perlite. Minerals Engineering, volume 23, P. 1146–1151, 2010.

YLINIEMI *et al.* Development and incorporation of lightweight waste-based geopolymer aggregates in mortar and concrete. Construction and Building Materials, volume 131, P. 784–792, 2017.

WIANGLOR K.; SINTHUPINYOS.; PIYAWORAPAIBOON M.; CHAIPANICH A. Effect of alkali-activated metakaolin cement on compressive strength of mortars. Applied Clay Science, volume 141, P. 272-279, 2017

ZHANG, Z. WANG H.; PROVIS J.L; BULLEN F.; REID A.; ZHU Y. **Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers**. Part 1. the activation of metakaolin with sodium hydroxide. Thermochimica Acta, volume 539, P. 23-33, 2012.