

**ESTUDO DA VIABILIDADE TECNOLÓGICA DE ARGAMASSAS
ATIVADAS POR NaOH OU KOH**

Greisson Peixoto Rangel

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO - UENF
CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
SETEMBRO DE 2017

**ESTUDO DA VIABILIDADE TECNOLÓGICA DE ARGAMASSAS
ATIVADAS POR NaOH OU KOH**

Greisson Peixoto Rangel

Dissertação apresentada ao
Laboratório de Engenharia Civil da
Universidade Estadual do Norte
Fluminense Darcy Ribeiro, como parte
das exigências para obtenção do título
de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Professor Doutor Dylmar Penteado Dias

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO - UENF
CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
SETEMBRO DE 2017

ESTUDO DA VIABILIDADE TECNOLÓGICA DE ARGAMASSAS ATIVADAS
POR NaOH OU KOH

Greisson Peixoto Rangel

Dissertação apresentada ao
Laboratório de Engenharia Civil da
Universidade Estadual do Norte
Fluminense Darcy Ribeiro, como parte
das exigências para obtenção do título
de Mestre em Engenharia Civil.

Aprovada em 29 de setembro de 2017.

Comissão Examinadora:

Prof. Flávio de Andrade Silva (D. Sc.), PUC-RJ

Prof. Sergio Luis González Garcia (D. Sc.), UENF

Prof. Gustavo de Castro Xavier (D. Sc.), UENF

Prof. Dylmar Penteado Dias (D. Sc.), UENF (Orientador)

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus por me dar forças para superar minhas fraquezas e me sustentar em todas as dificuldades.

À minha família por me apoiar em todas as minhas decisões e valorizar a educação acima de tudo.

À minha noiva por me manter centrado e focado e por sempre acreditar nas minhas capacidades.

Ao meu orientador, Dylmar Penteado Dias, por sua orientação e paciência ao longo de todo o programa de mestrado.

Aos colegas do laboratório de tecnologia em argamassas por estarem sempre dispostos a colaborar, especialmente ao colega Alexandre Magno Alves.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE TABELAS.....	xii
ÍNDICE DE ABREVIATURAS, SÍGLAS, SÍMBOLOS, SINAIS E UNIDADES	xiii
RESUMO	1
ABSTRACT	2
1 INTRODUÇÃO.....	3
1.1 OBJETIVOS.....	5
1.1.1 GERAL	5
1.1.2 ESPECÍFICOS	5
1.1.3 JUSTIFICATIVAS.....	6
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
2.1 GEOPOLÍMEROS	7
2.1.1 DEFINIÇÃO.....	7
2.1.2 BREVE HISTÒRIA DOS GEOPOLÍMEROS	8
2.1.3 NOMENCLATURA	8
2.1.4 MATÉRIA-PRIMA.....	9
2.1.4.1 FONTES DE ALUMINOSSILICATO.....	10
2.1.4.2 ATIVADOR ALCALINO	10
2.1.5 SÍNTESE.....	11
2.2 GEOPOLÍMEROS ATIVADOS POR DIFERENTES SOLUÇÕES ATIVADORAS.....	13
2.2.1 RELAÇÕES ENTRE COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES MACROSCÓPICAS DOS GEOPOLÍMEROS.....	20
2.2.1.1 EFEITO DA RAZÃO Si/Al.....	20
2.2.1.2 EFEITO DO pH	23

2.2.2	PARÂMETROS COMPOSICIONAIS DOS GEOPOLÍMEROS ATIVADOS APENAS COM HIDRÓXIDOS ALCALINOS.....	24
2.2.2.1	CONCENTRAÇÃO MOLAR (M) DO ATIVADOR.....	24
2.2.2.2	RAZÃO ÁGUA/SÓLIDOS.....	27
2.2.2.3	NATUREZA DO ATIVADOR.....	29
2.2.2.4	RAZÃO ATIVADOR/PRECURSOR.....	30
3	PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	32
3.1	MATERIAIS.....	32
3.1.1	PRECURSOR (METACAULIM).....	32
3.1.1.1	EDX DO METACAULIM.....	32
3.1.1.2	DRX DO METACAULIM.....	33
3.1.1.3	GRANULOMETRIA A LASER.....	35
3.1.2	SOLUÇÃO ATIVADORA.....	36
3.1.3	AREIA.....	36
3.2	MÉTODOS.....	37
3.2.1	ESTUDO DA COMPOSIÇÃO DAS ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS.....	37
3.2.1.1	PROCEDIMENTO DE MISTURA.....	38
3.2.1.1.1	APARELHAGEM.....	38
3.2.1.1.2	SOLUÇÃO ATIVADORA.....	38
3.2.1.1.3	MISTURA DA ARGAMASSA.....	39
3.2.1.2	PROCEDIMENTO DE MOLDAGEM.....	39
3.2.1.2.1	APARELHAGEM.....	39
3.2.2	DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO EM FUNÇÃO DA IDADE.....	40
3.2.2.1	APARELHAGEM.....	40
3.2.2.2	EXECUÇÃO DO ENSAIO.....	40

3.2.3 ENSAIOS RELACIONADOS AOS REQUISITOS PARA ARGAMASSAS DE ASSENTAMENTO E REVESTIMENTO DE PAREDES E TETOS.....	41
3.2.3.1 DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO.	42
3.2.3.2 ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA POTENCIAL DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO	44
3.2.3.2.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS.....	45
3.2.3.2.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO	45
3.2.3.3 ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA RETENÇÃO DE ÁGUA.....	47
3.2.3.3.1 APARELHAGEM.....	47
3.2.3.3.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO	47
3.2.3.4 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE MASSA APARENTE NO ESTADO ENDURECIDO.....	49
3.2.3.4.1 APARELHAGEM.....	49
3.2.3.4.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO	49
3.2.3.5 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE MASSA E DO TEOR DE AR INCORPORADO	50
3.2.3.5.1 APARELHAGEM.....	50
3.2.3.5.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO	50
3.2.3.6 DETERMINAÇÃO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE E DO COEFICIENTE DE CAPILARIDADE	52
3.2.3.6.1 APARELHAGEM.....	52
3.2.3.6.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO	52
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	55
4.1 ESTUDO DAS COMPOSIÇÕES	55
4.1.1 PRIMEIRA SÉRIE DE COMPOSIÇÕES	55
4.1.1.1 RELAÇÃO ATIVADOR/PRECURSOR IGUAL A 1,0 E 0,75.....	57
4.1.1.2 RELAÇÃO ATIVADOR/PRECURSOR IGUAL A 0,5.....	57

4.1.1.3	ANÁLISE VISUAL E TRABALHABILIDADE	57
4.1.1.4	RESISTÊNCIA MÉDIA À COMPRESSÃO AOS 7 DIAS DE IDADE	58
4.1.2	SEGUNDA SÉRIE DE COMPOSIÇÕES	58
4.1.2.1	ANÁLISE VISUAL E TRABALHABILIDADE	61
4.1.2.2	RESISTÊNCIA MÉDIA À COMPRESSÃO AOS 7 DIAS DE IDADE	62
4.1.3	TERCEIRA SÉRIE DE COMPOSIÇÕES.....	63
4.1.3.1	ANÁLISE VISUAL E TRABALHABILIDADE	66
4.1.3.2	RESISTÊNCIA MÉDIA À COMPRESSÃO AOS 7 DIAS DE IDADE	69
4.2	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO EM FUNÇÃO DA IDADE	70
4.3	REQUISITOS DA NBR 13281 (ABNT, 2005)	72
4.3.1	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	72
4.3.2	DENSIDADE DE MASSA APARENTE NO ESTADO ENDURECIDO	73
4.3.3	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO	74
4.3.4	COEFICIENTE DE CAPILARIDADE	75
4.3.5	DENSIDADE DE MASSA APARENTE NO ESTADO FRESCO.....	76
4.3.6	RETENÇÃO DE ÁGUA	77
4.3.7	RESISTÊNCIA POTENCIAL DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO	79
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	83
5.1	CONCLUSÕES.....	83
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	85
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	86
	ANEXO 1	92

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Comparação entre o produto da reação de hidratação o cimento Portland C-S-H (esquerda) e o produto da reação de formação de um geopolímero (direita) (DE WEERDT, 2011).	7
Figura 2. Tipos de estruturas tridimensionais presentes em geopolímeros (DAVIDOVITS, 2002).	9
Figura 3. Modelo conceitual para a geopolimerização (DUXON et al., 2007).....	12
Figura 4. Cinza volante original (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	14
Figura 5. Cinza volante ativada com a solução A: (a) 20 horas a 85 °C; (b) 7 dias a 85 °C; (c) detalhe de algumas fases cristalinas (zeólita do tipo Herschelita) (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	15
Figura 6. Cinza volante ativada com a solução B: (a) 20 horas a 85 °C; (b) 7 dias a 85 °C (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	16
Figura 7. Cinza volante ativada com a solução C: (a) visão geral 20 horas a 85 °C; (b) e (c) 7 dias a 85 °C; P1 e P2 pseudo-cristais de Herschelita; P3 cristais ortorrômnicos em forma de bastão; P4 cristais poliédricos de carbonatos (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	17
Figura 8. Cinza volante ativada por potássio: (a) solução D 20 horas a 85 °C; (b) solução E 20 horas a 85 °C; (c) e (d) solução F 20 horas e 7 dias a 85 °C; (1) carbonato de potássio (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	18
Figura 9. Microscopia (MEV) dos geopolímeros com Si/Al = (a) 1,45; (b) 1,50; (c) 1,55 e (c) 1,60. (DUXSON et al., 2005).	21
Figura 10. Módulo de Young (▲) e resistência à compressão (■) dos geopolímeros. (DUXSON et al., 2005).....	21
Figura 11. Solubilidade da sílica em escórias e aluminossilicatos (GARCIA-LODEIRO et al., 2015)..	23
Figura 12. Diagrama de solubilidade para hidróxido de alumínio (somente espécies mononucleares de Al) (HOLT et al. 2002 apud GARCIA-LODEIRO et al., 2015).	24
Figura 13. Influência da concentração do ativador sobre a resistência à compressão com cura térmica a 60°C. (RAHIM et al., 2014).	25
Figura 14. Resistência à compressão para a cinza volante original (SOMNA et al., 2011).....	26
Figura 15. Resistência à compressão para a cinza volante moída (SOMNA et al., 2011).....	27
Figura 16. Tempo de pega em função da razão sólidos/líquidos (RAHIM et al., 2014b).	28
Figura 17. Resistência à compressão em função do tempo de cura para diferentes razões sólidos/líquidos (RAHIM et al., 2014b).	29
Figura 18. Resistência à compressão de geopolímeros ativados por NaOH ou KOH (RAHIM et al., 2015).....	30
Figura 19. Resistência à compressão de concretos geopoliméricos em função da concentração do ativador e da razão ativador/precursor (RAVIKUMAR et al., 2010).....	31
Figura 20. Difratoograma do metacaulim.	34
Figura 21. Halo amorfo, característico de materiais amorfos ou semicristalinos.....	35
Figura 22. Granulometria a Laser do metacaulim.	36
Figura 23. Curva granulométrica da areia.	37

Figura 24. Ensaio de determinação da resistência à compressão axial.	41
Figura 25. Ensaio para determinação da resistência à tração na flexão.	43
Figura 26. Ensaio para determinação da resistência à compressão axial.	44
Figura 27. Colagem das pastilhas metálicas na superfície do substrato-padrão revestido com argamassa geopolimérica.	46
Figura 28. Execução do ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração.	46
Figura 29. Execução do ensaio de determinação da retenção de água.	48
Figura 30. Ensaio de absorção de água por capilaridade.	54
Figura 31. Resistência média à compressão em função da relação água/sólidos para argamassas geopoliméricas com relação ativador/precursor igual a 0,5.	57
Figura 32. Resistência média à compressão de argamassas geopoliméricas em função das relações ativador/precursor e água/sólidos.	60
Figura 33. Eflorescência nas argamassas geopoliméricas ativadas por NaOH.	62
Figura 34. Resistência média à compressão aos 7 dias de idade em função da molaridade e da relação ativador/precursor para argamassas ativadas por KOH.	65
Figura 35. Resistência média à compressão aos 7 dias de idade em função da molaridade e da relação ativador/precursor de argamassas ativadas por NaOH.	65
Figura 36. Diminuição gradual da eflorescência com a diminuição (da direita para a esquerda) da relação ativador/precursor, para argamassas geopoliméricas ativadas por NaOH.	67
Figura 37. Ilustração da esfera de hidratação.	68
Figura 38. Resistência média à compressão em função da idade.	71

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Composição das soluções ativadoras (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	14
Tabela 2. Valor médio composicional da razão Si/Al nos géis aglomerantes de aluminossilicatos (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).....	19
Tabela 3. Razões molares iniciais das amostras. (SOMNA et al., 2011).....	26
Tabela 4. Composição química, em termos de óxidos, por EDX do metacaulim.	32
Tabela 5. Primeira série de composições e suas respectivas resistências médias à compressão aos 7 dias de idade.....	56
Tabela 6. Relação das composições da segunda série e suas respectivas resistências médias à compressão aos 7 dias de idade.	60
Tabela 7. Relação das composições da terceira série e suas respectivas resistências médias à compressão aos 7 dias de idade.	64
Tabela 8. Resistência média à compressão aos 28 dias das composições selecionadas.....	72
Tabela 9. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da resistência à compressão aos 28 dias, segundo a NBR 13281 (ABNT, 2005).	72
Tabela 10. Densidade de massa aparente no estado endurecido das composições selecionadas.	73
Tabela 11. Classificação das argamassas em função da densidade de massa aparente no estado endurecido, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).	74
Tabela 12. Resistência média à tração na flexão das composições selecionadas.	74
Tabela 13. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da resistência à tração na flexão aos 28 dias, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005). ...	75
Tabela 14. Coeficiente de capilaridade das composições selecionadas.	75
Tabela 15. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função do coeficiente de capilaridade, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).	76
Tabela 16. Densidade de massa aparente no estado fresco das composições selecionadas.....	76
Tabela 17. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da densidade de massa aparente no estado fresco, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).....	77
Tabela 18. Retenção de água das composições selecionadas.....	78
Tabela 19. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da retenção de água, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).	79
Tabela 20. Resistência potencial de aderência à tração para as composições selecionadas.	79
Tabela 21. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da resistência potencial de aderência à tração, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005)..	80
Tabela 22. Classificação das composições selecionadas, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).	80

Tabela 23. Quadro comparativo da classificação das argamassas geopoliméricas e das argamassas industrializadas da linha Votomassa. 81

ÍNDICE DE ABREVIATURAS, SÍGLAS, SÍMBOLOS, SINAIS E UNIDADES

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas.

ASTM – *American Society for Testing and Materials*.

DRX – Difração de raios X.

EDX – Espectroscopia de fluorescência de raios X.

ICDD – *International Centre for Diffraction Data*.

MEV – Microscopia eletrônica de varredura.

PDF – *Powder Diffraction File*.

UENF – Universidade Estadual do Norte Fluminense.

A – Ruptura na argamassa, no ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração.

A – Densidade de massa da argamassa no estado fresco, em g/cm³.

A – Valor da densidade de massa no estado fresco, em g/cm³.

A_i – Área do corpo de prova no ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração, em milímetros quadrados.

A_t – Absorção de água por capilaridade para cada tempo, em g/cm².

AF – Relação água/argamassa fresca no ensaio de retenção de água.

AI – Valor do ar incorporado, em porcentagem.

Al – Elemento químico Alumínio.

Al₂O₃ – Óxido de Alumínio.

B – Valor da densidade de massa teórica da argamassa, sem os vazios, em g/cm³.

C – Coeficiente de capilaridade, em g/dm².min^{1/2}.

F – Carga aplicada verticalmente, em newtons.

F – Falha na colagem da peça metálica, no ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração.

F_c – Carga máxima aplicada no ensaio para determinação da resistência à compressão axial, em newtons.

K – Elemento químico Potássio.

KOH – Hidróxido de potássio.

L – Distância entre os suportes utilizados para transferência de carga no ensaio de tração na flexão, em mm.

M – Média das massas dos corpos-de-prova no ensaio de determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido, em g.

m – Soma das massas dos componentes anidros da argamassa no ensaio de retenção de água, em gramas.

m_a – Massa do conjunto com argamassa no ensaio de retenção de água, em gramas.

M_c – Massa do recipiente contendo a argamassa no ensaio para determinação da densidade de massa no estado fresco, em g.

M_i – Massa individual de cada componente da argamassa, inclusive a massa da água, em g.

m_s – Massa do conjunto após a sucção no ensaio de retenção de água, em gramas.

m_t – Massa do corpo-de-prova em cada tempo (10 min ou 90 min) no ensaio de absorção de água por capilaridade, em g.

m_v – Massa do conjunto vazio no ensaio de retenção de água, em gramas.

M_v – Massa do recipiente vazio no ensaio para determinação da densidade de massa no estado fresco, em g.

m_w – Massa total de água acrescentada à mistura no ensaio de retenção de água, em gramas.

m_0 – Massa inicial do corpo-de-prova no ensaio de absorção de água por capilaridade, em g.

Na – Elemento químico Sódio.

NaOH – Hidróxido de sódio.

P_i – Carga de ruptura no ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração, em newton.

R_c – Resistência à compressão, em MPa.

R_f – Resistência à tração na flexão, em MPa.

R_i – Resistência potencial de aderência à tração, em MPa.

S – Ruptura no substrato, no ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração.

S/A – Ruptura na interface substrato/argamassa, no ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração.

Si – Elemento químico Silício.

SiO₂ – Óxido de Silício.

V – Volume médio dos corpos-de-prova em cm³, calculado a partir das médias das medidas do diâmetro e da altura, no ensaio de determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido.

V_r – Volume do recipiente no ensaio para determinação da densidade de massa no estado fresco, em cm³.

γ_{ap} – Densidade de massa aparente no estado endurecido, em kg/m³.

γ_i – Densidade de massa de cada componente da argamassa.

RESUMO

Seja por razões ecológicas, econômicas ou ligadas ao desempenho, a busca por materiais alternativos ao cimento Portland tem se intensificado, e os geopolímeros se apresentam como uma opção plausível. No entanto, o apelo à superioridade ecológica dos geopolímeros sobre o cimento Portland não tem se confirmado, de acordo com os estudos de impactos ambientais. Para produzir geopolímeros com menor impacto e custo, composições ativadas sem silicatos alcalinos, ou seja, ativadas apenas por hidróxidos alcalinos começaram a ser estudadas. Nesse contexto, este trabalho avaliou a viabilidade tecnológica de argamassas geopoliméricas ativadas por NaOH ou KOH. Para isso, foi realizado um estudo com 54 diferentes composições, avaliando o comportamento das argamassas frente à variação dos principais parâmetros composicionais (razão ativador/precursor, razão água sólidos e concentração molar da solução ativadora). Além disso, foi apresentada a classificação da composição com maior resistência à compressão axial aos 7 dias de idade, para cada ativador (NaOH: 18,65 MPa e KOH: 4,44 MPa), segundo os requisitos prescritos pela NBR 13281 (ABNT, 2005). Os resultados demonstraram que as argamassas geopoliméricas possuem viabilidade tecnológica. No entanto, a ativação por NaOH, quando da combinação adequada dos parâmetros composicionais, apresentou desempenho superior à ativação por KOH (NaOH: P6, M6, R6, C1, D6, U6, A3; KOH: P4, M5, R1, C4, D5, U6, A2)

Palavras-chave: Geopolímero; argamassa; desempenho; hidróxido de sódio; hidróxido de potássio.

ABSTRACT

Whether for ecological, economic or performance-related reasons, the search for alternative materials to Portland cement has intensified, and geopolymers are known as a plausible option. However, the call for the ecological superiority of geopolymers on Portland cement has not been confirmed, according to environmental impact studies.

To produce geopolymers with lower impact and cost, activated compositions without alkali silicates, that is, activated only by alkaline hydroxides began to be studied. In this context, this work evaluated the technological viability of geopolymeric mortars activated by NaOH or KOH. For this, a study was carried out with 54 different compositions, evaluating the mortar behavior against the variation of the main composition parameters (activator/precursor ratio, water/solid ratio and molar concentration of the activator solution). In addition, a classification of the composition with greater resistance to axial compression at 7 days of age was presented for each activator (NaOH: 18,65 MPa and KOH: 4,44 MPa), according to the requirements prescribed by NBR 13281 (ABNT, 2005). The results demonstrated that geopolymeric mortars have technological viability. However, NaOH activation, when produced with appropriate composition parameters, showed superior performance to KOH (NaOH: P6, M6, R6, C1, D6, U6, A3; KOH: P4, M5, R1, C4, D5, U6, A2)

Keywords: Geopolymer; mortar; performance; sodium hydroxide; Potassium hydroxide.

1 INTRODUÇÃO

A busca por novos e melhorados materiais é constante na construção civil. Aprimoramentos nas propriedades químicas, físicas e mecânicas de materiais já existentes e a criação de novos são temas consagrados da literatura acadêmica.

Nesse contexto, os geopolímeros se apresentaram como uma classe de materiais com elevado desempenho, principalmente com relação a alguns pontos críticos dos materiais convencionais, como por exemplo o desempenho térmico. Assim, os geopolímeros oferecem uma alternativa viável ao uso do cimento Portland convencional como aglomerante e ainda proporcionam amplo campo de pesquisa para seu conhecimento pleno e aprimoramento.

No entanto, a busca por soluções com menor impacto ambiental foi um dos grandes motivadores das pesquisas envolvendo geopolímeros e outros materiais alcalinamente ativados. Dados indicando uma baixa emissão de CO₂ na atmosfera devido à fabricação dos geopolímeros (DAVIDOVITS *et al.*, 1990), quando comparados ao cimento Portland, fomentaram a área até mais do que o próprio desempenho dos materiais.

Infelizmente, essa grande vantagem em relação à emissão de gás carbônico não se confirmou em pesquisas mais recentes. Em um cenário onde diversas adições minerais e subprodutos de processos industriais são usados para alterar as propriedades do cimento Portland e diminuir seu impacto em termos de emissão de gases, a disparidade entre o cimento Portland e os geopolímeros se tornou cada vez menos relevante (PACHEGO-TORGAL, 2014).

De acordo com Pacheco-Torgal (2014), os pesquisadores mais proeminentes no campo de materiais alcalinamente ativados concordam que o futuro das pesquisas nessa área reside em duas frentes: sistemas híbridos que mesclam geopolímeros com o cimento Portland e geopolímeros ativados na ausência de silicatos alcalinos. Dessa forma, os geopolímeros convencionais, ou seja, ativados com uma combinação de silicatos e hidróxidos alcalinos, continuarão sendo estudados e utilizados, mas em nichos mais específicos onde seu elevado desempenho seja aproveitado ao máximo.

Tratando-se das opções disponíveis para a ativação dos geopolímeros, os silicatos alcalinos apresentam a maior emissão de gás carbônico referente à sua fabricação e também o maior custo. Desenvolver geopolímeros sem a utilização de silicatos, então, pareceria naturalmente o próximo passo a ser dado. No entanto, se

os primeiros trabalhos sobre geopolímeros datam do final da década de 1970, os trabalhos sobre geopolímeros ativados sem silicatos datam do final da década de 2000, ou seja, trata-se de um tema relativamente novo e pouco estudado.

Com o objetivo de analisar a viabilidade técnica de argamassas ativadas por hidróxidos de sódio e potássio, na ausência de silicatos alcalinos, a metodologia deste trabalho consiste em realizar uma série de ensaios relevantes ao desempenho de argamassas para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos.

Para que essas propriedades pudessem ser demonstradas de forma clara, uma argamassa ativada com NaOH e outra ativada com KOH foram ensaiadas e classificadas de acordo com os requisitos da NBR 13281 (ABNT, 2005).

Os detalhes da execução de cada ensaio e da classificação dos resultados serão abordados posteriormente.

Dessa forma, avaliar e classificar as argamassas geopoliméricas deste trabalho é um critério expedito e adequado, ainda que não profundo, para verificar a viabilidade tecnológica de um material ainda pouco conhecido. Além disso, fornece meios de comparação com materiais já consagrados ou mesmo novos materiais.

No entanto, atestar ou não a viabilidade de composições aleatórias de argamassas não traria um entendimento generalizado sobre as argamassas geopoliméricas ativadas na ausência de silicatos alcalinos. Assim, foi necessário empreender um estudo das composições de argamassas ativadas por NaOH ou KOH com o objetivo de conhecer o comportamento desses materiais quanto aos principais parâmetros envolvidos nas propriedades físicas e mecânicas dos geopolímeros.

O critério escolhido para comparação entre diferentes composições foi a resistência à compressão aos sete dias, uma vez que ela está associada à microestrutura e outras propriedades relevantes e permite uma comparação rápida entre diversas composições. Ademais, os geopolímeros, de forma geral, desenvolvem boa parte de sua resistência em idades precoces, tornando a resistência aos sete dias um critério bastante coerente.

Logo, a metodologia deste trabalho consistiu na caracterização dos materiais utilizados, no estudo das composições e, por fim, na análise da viabilidade tecnológica das duas melhores composições por meio dos sete ensaios prescritos na NBR 13281 (ABNT, 2005).

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 GERAL

O objetivo geral deste trabalho é atestar a viabilidade tecnológica de argamassas ativadas por NaOH ou KOH e verificar o comportamento mecânico dessas argamassas em função dos principais parâmetros relacionados ao desenvolvimento da microestrutura desses materiais.

1.1.2 ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos são referentes às duas etapas do trabalho: o mapeamento feito por meio do estudo das composições e o estudo da viabilidade tecnológica feita por meio dos sete ensaios já citados.

- Estudo das composições:

- compreender o efeito da variação da relação ativador/precursor sobre o comportamento mecânico dos geopolímeros;
- compreender o efeito da variação da relação água/sólidos sobre o comportamento mecânico dos geopolímeros;
- compreender o efeito da variação da concentração molar da solução ativadora sobre o comportamento mecânico dos geopolímeros;
- compreender o efeito da variação da natureza do ativador (NaOH ou KOH) sobre o comportamento mecânico dos geopolímeros.

- Estudo da viabilidade tecnológica

Avaliar, para uma composição ativada por NaOH e uma ativada por KOH, as propriedades utilizadas pela NBR 13281 (ABNT, 2005) para a classificação de argamassas:

- resistência à compressão;
- densidade de massa aparente no estado endurecido;
- resistência à tração na flexão;
- absorção de água por capilaridade;
- densidade de massa aparente no estado fresco;
- retenção de água;

- resistência potencial de aderência à tração.

1.1.3 JUSTIFICATIVAS

A grande demanda por novas tecnologias aplicadas à construção civil, bem como a necessidade de desenvolver soluções sustentáveis, tem impulsionado o estudo de novos materiais. O geopolímero apresenta nesse contexto uma alternativa para os tradicionais materiais baseados no cimento Portland.

Nesse contexto, os geopolímeros ativados por hidróxidos alcalinos sem a utilização de silicatos representam um novo caminho para o desenvolvimento dos geopolímeros e materiais alcalinamente ativados. Sendo os silicatos alcalinos os componentes com maior custo e impacto ambiental das soluções ativadoras utilizadas na obtenção de geopolímeros tradicionais, o desenvolvimento desse novo grupo de materiais traduz a busca por sustentabilidade ecológica e econômica.

Dado o pouco conhecimento difundido sobre as principais propriedades desses geopolímeros, este trabalho contribui com um estudo exploratório acerca dos parâmetros relacionados à composição dos mesmos e sua influência sobre suas resistências mecânicas. Espera-se que os resultados possam nortear os futuros trabalhos e servir de referência quanto à composição dos geopolímeros.

Além disso, foram estudadas propriedades relacionadas aos requisitos para o bom desempenho de argamassas. Levando em consideração as possíveis utilizações para os geopolímeros estudados, é de grande importância aliar os avanços no conhecimento das propriedades e comportamento do material com as aplicações práticas do mesmo. Nesse sentido, o presente trabalho apresenta uma análise da viabilidade tecnológica e aponta os caminhos para que o desenvolvimento desse material resulte em opção viável para a indústria.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 GEOPOLÍMEROS

2.1.1 DEFINIÇÃO

O termo geopolímero foi criado na década de 1970 pelo cientista e engenheiro francês Joseph Davidovits, e aplicado a uma classe de materiais sólidos sintetizados pela reação de materiais aluminossilicatos com uma solução alcalina (PROVIS e VAN DEVENTER, 2009).

De acordo com De Weerdt (2011), um geopolímero é um aglomerante inorgânico. É sintetizado pela mistura, em temperatura ambiente ou maior, com um pó aluminossilicato reativo (cinza volante, metacaulim, argila calcinada, entre outros) com um ativador alcalino que contenha hidróxidos, silicatos, aluminatos, carbonatos ou sulfatos alcalinos ou uma combinação destes. O produto dessa reação é, principalmente, uma fase amorfa ou praticamente amorfa de aluminossilicato constituído de SiO_4^{4-} e AlO_4^{5-} tetraédricos interligados, formando uma estrutura tridimensional.

A Figura 1, abaixo, compara a estrutura do principal produto de hidratação do cimento Portland (C-S-H) com o produto da reação de geopolimerização.

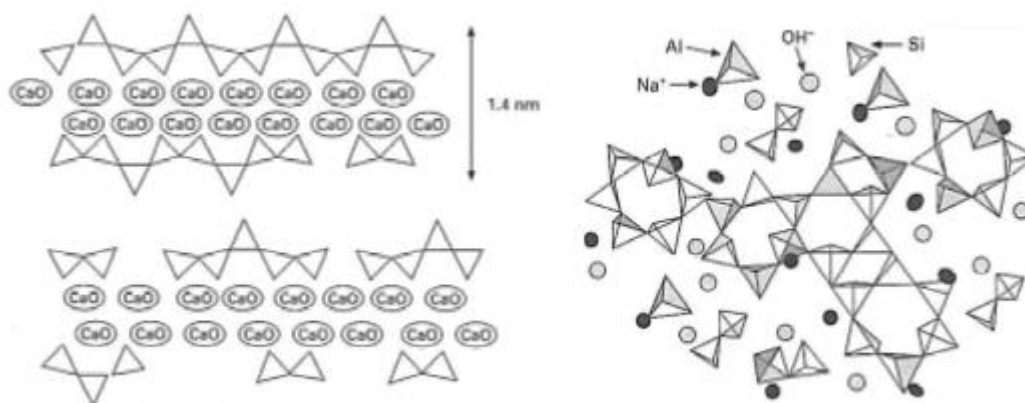


Figura 1. Comparação entre o produto da reação de hidratação o cimento Portland C-S-H (esquerda) e o produto da reação de formação de um geopolímero (direita) (DE WEERDT, 2011).

2.1.2 BREVE HISTÓRIA DOS GEOPOLÍMEROS

A história dos geopolímeros remonta à década de 1970, quando uma série de incêndios em edificações na França motivaram pesquisas com o objetivo de obter materiais resistentes a altas temperaturas.

O cientista e engenheiro francês Joseph Davidovits, cujo campo principal de trabalho era o dos polímeros inorgânicos, aventou a possibilidade de obter aglomerantes inorgânicos através da ativação alcalina de aluminossilicatos, estabelecendo um paralelo com a síntese de certos minerais, como os zeólitos. Desse paralelo surge o termo geopolímero que, segundo Davidovits, designa um material aglomerante inorgânico com estrutura polimérica (DAVIDOVITS, 2002).

O bom desempenho térmico, mecânico, estabilidade química, durabilidade e resistência a diferentes patologias levaram a utilização dos geopolímeros em uma extensa gama de aplicações. O desempenho térmico permitiu o desenvolvimento de geopolímeros como revestimentos para proteção térmica na indústria naval, como matriz em compósitos reforçados com fibra de carbono resistentes a altas temperaturas quando comparados aos compósitos de fibra de carbono com matriz polimérica orgânica, na produção de materiais cerâmicos refratários utilizados na indústria aeronáutica, entre outros. As propriedades mecânicas e a grande estabilidade química permitiram o uso de geopolímeros como meio de descarte de materiais tóxicos e resíduos nucleares.

A partir da década de 1990 o interesse da indústria da construção civil em diminuir seu impacto ambiental, cujo maior contribuinte é a produção de cimento Portland, devido ao grande volume produzido e a quantidade de CO₂ liberada na atmosfera, contribuiu para multiplicação da pesquisa acerca dos geopolímeros.

2.1.3 NOMENCLATURA

Geopolímeros são definidos em geral como sólidos estáveis, materiais aluminossilicatos formados por ativação alcalina de um precursor que é usualmente, mas não sempre, fornecido em pó (PROVIS e VAN DEVENTER, 2009). Os materiais referidos como geopolímeros também são descritos na literatura acadêmica como polímeros minerais, polímeros inorgânicos, “vidros”, hidrocerâmicos entre outros.

De acordo com Provis e Van Deventer (2009), essa grande variedade de nomenclaturas contribuiu para que pesquisadores não familiarizados com o tema

não tenham tido acesso a trabalhos de grande relevância, por não os encontrar nos mecanismos busca.

Davidovits desenvolveu uma nomenclatura química própria para os geopolímeros, alternativa à nomenclatura química clássica para polímeros, segundo a qual o termo sialato é uma abreviação para sílico-oxo-aluminato. Polisialatos seriam então cadeias e anéis poliméricos com Si^{4+} e Al^{3+} coordenados com 4 oxigênios e variando de amorfos a semicristalinos (DAVIDOVITS, 2002).

São formados três tipos de estruturas tridimensionais (Figura 2):

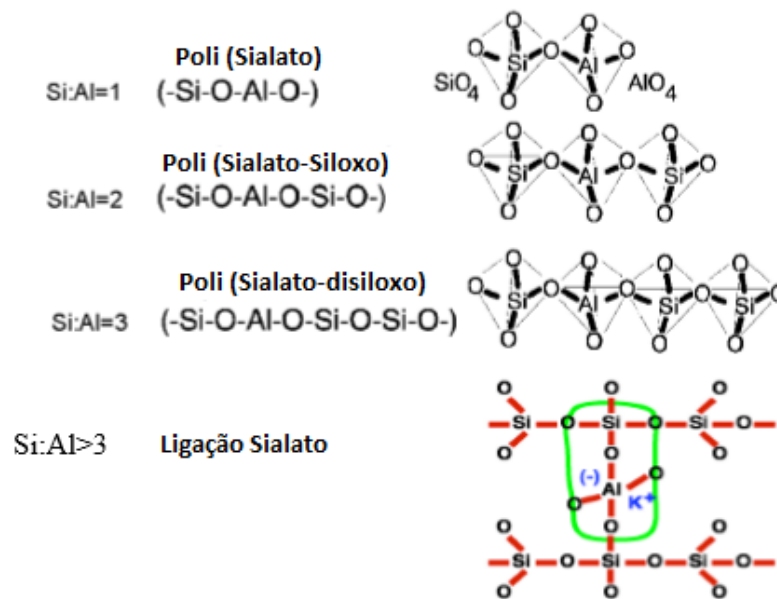


Figura 2. Tipos de estruturas tridimensionais presentes em geopolímeros (DAVIDOVITS, 2002).

2.1.4 MATÉRIA-PRIMA

Para obtenção de um geopolímero com as propriedades desejadas, como alta resistência inicial, baixa retração, alta resistência a ataque de ácidos, entre outros, um conjunto de parâmetros precisa ser controlado (DUXON *et al.*, 2007):

- razão Si/Al;
- razão M/Si (o M representa o metal alcalino utilizado na solução ativadora);
- razão água/sólidos.
- concentração molar da solução ativadora;
- concentração molar de OH^- da solução ativadora.

Portanto, são de grande importância a caracterização da fonte de aluminossilicatos e a determinação de sua reatividade. Nesse sentido, a distribuição do tamanho das partículas ou finura possui papel relevante na determinação da reatividade. O controle das razões é feito ajustando os tipos e quantidades da fonte de aluminossilicatos com os tipos e quantidades de materiais ativadores que compõem a solução ativadora.

2.1.4.1 FONTES DE ALUMINOSSILICATO

Existe uma grande variedade de materiais que podem servir como fonte de aluminossilicatos. Esses materiais podem ser divididos em três principais categorias (PACHECO-TORGAL, 2014):

- subprodutos de outras indústrias.

Exemplo é a cinza volante, escórias com baixo teor de cálcio, diversos tipos de cinzas com propriedades pozolânicas, entre outros;

- materiais aluminossilicatos naturalmente reativos.

Solo sedimentar diatomáceo formado de esqueletos de organismos microscópicos, alguns tipos de rochas vulcânicas, algumas argilas não termicamente ativadas, entre outros;

- materiais aluminossilicatos ativados.

Argilas calcinadas, em especial o metacaulim.

2.1.4.2 ATIVADOR ALCALINO

Apesar da grande gama de compostos alcalinos que podem ser utilizados como ativadores, os mais utilizados são os hidróxidos alcalinos e os silicatos alcalinos.

Os ativadores hidróxidos alcalinos mais comuns são o NaOH e o KOH. O hidróxido de sódio é menos expansivo; no entanto, sua solubilidade é mais sensível à temperatura, podendo levar à precipitação de NaOH quando utilizado em baixas temperaturas. Além disso, o NaOH é mais viscoso que o KOH. Essa característica torna o processo de preparo do geopolímero um pouco mais trabalhoso e pode afetar as propriedades reológicas do geopolímero em seu estado fresco, tornando-o menos trabalhável.

Os ativadores silicatos alcalinos mais utilizados consistem na mistura e reação de Na_2O ou K_2O , Si_2O e água. Como nos hidróxidos alcalinos, o silicato de sódio é mais viscoso do que o silicato de potássio.

É importante observar que o uso de NaOH e KOH não pode ser considerado “amigável ao usuário” devido à sua natureza corrosiva e à grande quantidade de calor liberado na sua dissolução, a qual é uma reação bastante exotérmica.

Também é possível obter uma solução ativadora com a mistura entre hidróxidos alcalinos e silicatos alcalinos. A proporção entre eles depende das propriedades desejadas e do equilíbrio entre as razões citadas anteriormente (PACHECO-TORGAL, 2014)

2.1.5 SÍNTESE

O mecanismo da reação de síntese de um geopolímero, chamada de geopolimerização, é bastante complexo e ainda não foi completamente decifrado (DE WEERDT, 2011).

Duxon *et al.* (2007) propôs um modelo para a reação dividido em seis etapas: dissolução, equilíbrio, formação de gel, reorganização e polimerização e endurecimento, como mostra a Figura 3:

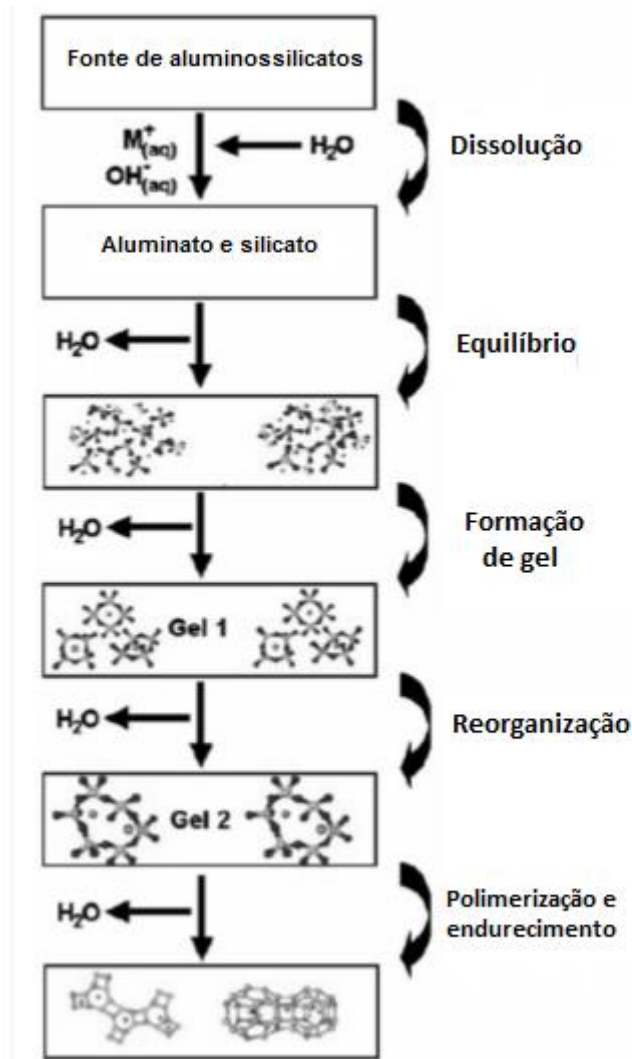


Figura 3. Modelo conceitual para a geopolimerização (DUXON *et al.*, 2007).

Apesar do esquema linear, as etapas são acopladas e ocorrem concomitantemente.

Na etapa de dissolução a alta concentração de OH⁻ é responsável pela quebra das ligações Si-O-Si, Si-O-Al e Al-O-Al da fonte de aluminossilicatos. Uma vez em solução, uma complexa mistura de diferentes espécies (monômeros, dímeros, trímeros e assim por diante) de silicatos, aluminatos e aluminossilicatos, se formam.

A solução rapidamente se torna supersaturada, o que leva à formação de um gel (gel 1), uma vez que os oligômeros se condensam e formam uma extensa rede. Esse gel é rico em alumínio devido à maior concentração de alumínio na solução inicial, graças à maior fragilidade das ligações Al-O na fonte de aluminossilicatos.

Na etapa chamada de equilíbrio, com a continuidade da reação, mais ligações Si-O da fonte de aluminossilicatos são quebradas, aumentando a concentração de Si na solução e na fase gel, gerando a fase chamada de gel 2.

A água utilizada durante a dissolução é liberada durante a formação de gel. A água possui o papel de meio para ocorrência da reação e reside dentro dos poros do gel. Apesar de pequena ocorrência de radicais OH⁻, provenientes da água presentes na estrutura do geopolímero, a água não faz integralmente parte da estrutura de um geopolímero (PROVIS e VAN DEVENTER, 2009).

Na etapa de reorganização, o sistema continua a se rearranjar e reorganizar, aumentando a conectividade do gel, o que resulta na formação de uma rede tridimensional de aluminossilicatos.

A etapa final de polimerização e endurecimento determina a microestrutura e a distribuição de poros do geopolímero endurecido, que são características cruciais para as propriedades físicas e mecânicas de um aglomerante (DE WEERDT, 2011; DUXON *et al.*, 2007).

2.2 GEOPOLÍMEROS ATIVADOS POR DIFERENTES SOLUÇÕES ATIVADORAS.

Uma comparação entre os geopolímeros confeccionados com diferentes ativadores permite a conclusão de que aqueles ativados por hidróxidos alcalinos, silicatos alcalinos, uma combinação entre silicatos e hidróxidos ou carbonatos alcalinos resultam em materiais com a mesma base química, mas com diferentes microestruturas (PALOMO *et al.*, 2004).

Fernández-Jiménez *et al.* (2006) estudaram a microestrutura de cinza volante ativada por seis diferentes soluções alcalinas, submetida à cura térmica por 20 horas e por sete dias em temperatura de 85°C. A composição das seis soluções ativadoras pode ser vista na Tabela 1.

Tabela 1. Composição das soluções ativadoras (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Solução ativadora	[Na ₂ O] %	[K ₂ O] %	[SiO ₂] %	[CO ₃ ²⁻] %	Densidade (g/cm ³)	[OH] (Mol/l)
Solução A: NaOH	19,525	---	---	---	1,27	8,0
Solução B: NaOH + Silicato sódico	21,025	---	3,050	---	1,33	10,0
Solução C: NaOH + Carbonato sódico	20,375	---	---	14,150	1,27	2,0
Solução D: KOH	---	30,800	---	---	1,30	8,0
Solução E: KOH + Silicato potássico	---	31,225	3,525	---	1,36	10,0
Solução F: KOH + Carbonato potássico	---	31,500	---	10,850	1,28	3,5

A Figura 4 mostra a microscopia eletrônica por varredura da cinza utilizada e que servirá para comparação com as seis amostras.

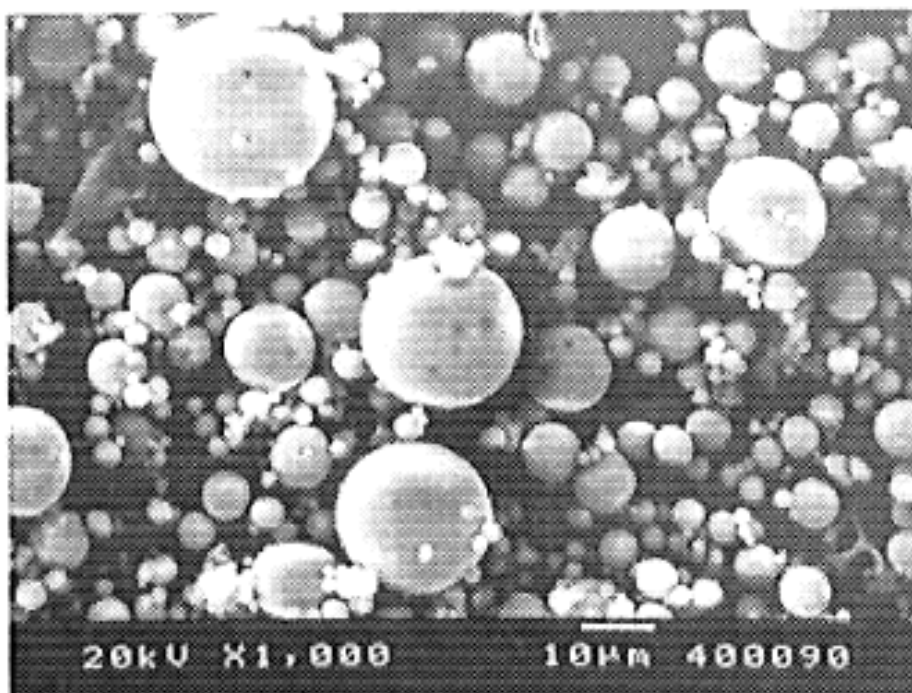


Figura 4. Cinza volante original (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Já na Figura 5 é possível ver a microscopia da amostra ativada com a solução

A.

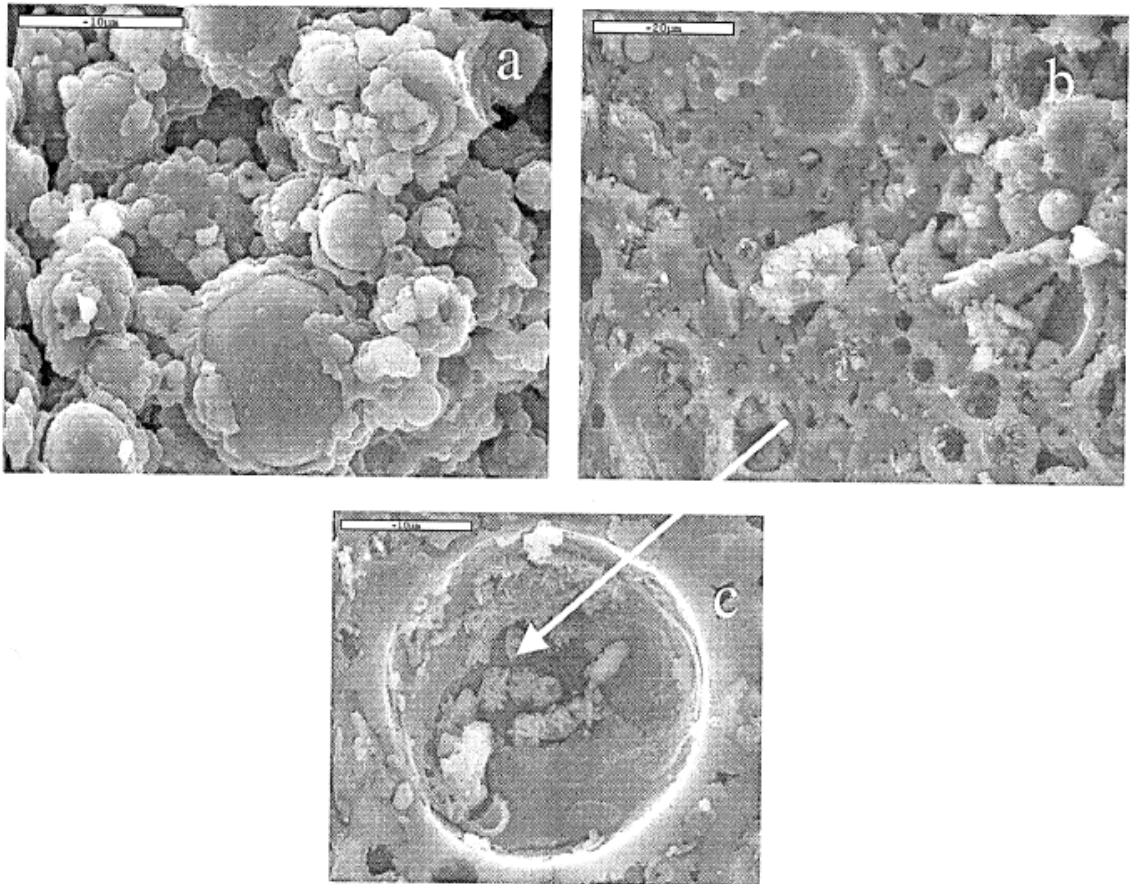


Figura 5. Cinza volante ativada com a solução A: (a) 20 horas a 85 °C; (b) 7 dias a 85 °C; (c) detalhe de algumas fases cristalinas (zeólita do tipo Herschelita) (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Pode ser observado, próximo às esferas de cinza que ainda não reagiram, o gel aluminossilicato responsável pelas propriedades mecânicas do material. Também é possível observar que a Figura 5 (a) apresenta uma estrutura mais porosa do que a Figura 5 (b) indicando que na primeira o grau alcançado da reação ainda é moderado se comparado com a segunda.

Outro fenômeno identificável na Figura 5 (a) é a cobertura parcial de algumas esferas de cinza pelo produto da reação. Isso pode indicar que, em um curto período de tempo, o produto da reação pode formar uma camada ao redor de esferas que ainda não reagiram, dificultando o prosseguimento da sua ativação.

A comparação entre a Figura 5 (a) e (b) mostra como o tempo e a cura térmica foram fatores essenciais no desenvolvimento da microestrutura da amostra, resultando em uma configuração com menos vazios.

Ainda, é possível observar nas partículas que ainda não reagiram completamente, ou nos espaços deixados pelas que reagiram, depósitos cristalinos que podem ser associados às zeólitas do tipo Herschelita.

A Figura 6 mostra a microscopia da amostra ativada com a solução B

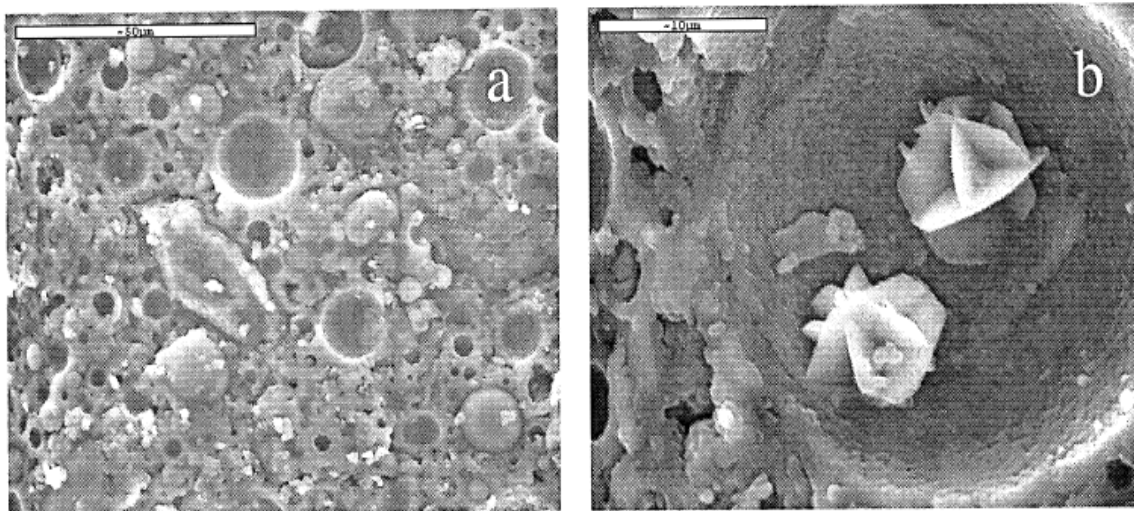


Figura 6. Cinza volante ativada com a solução B: (a) 20 horas a 85 °C; (b) 7 dias a 85 °C (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

O resultado da ativação com a solução B é um material muito compacto com poucos poros, mesmo apenas com 20 horas de cura térmica. De acordo com Fernández-Jiménez *et al.* (2006) a continuidade superficial do produto principal da reação aparenta uma única camada de um fluido viscoso repentinamente congelado, ao invés de um grupo de partículas individuais aleatoriamente precipitando no sistema.

A análise por EDX confirma que a matriz ativada com a solução B possui razão Si/Al maior que a ativada pela solução A, e que o conteúdo de Si aumenta com o prosseguimento da reação. A adição de silicato de sódio intensificou o processo de condensação, uma vez que um meio rico em OH⁻ e silicatos solúveis prontamente disponíveis foram formados

Também é possível notar que o tempo de cura térmica não obteve efeito marcante sobre o desenvolvimento da microestrutura como no caso da solução A.

A Figura 6 (b) também mostra cristais zeolíticos bem formados com composição similar à herschelita.

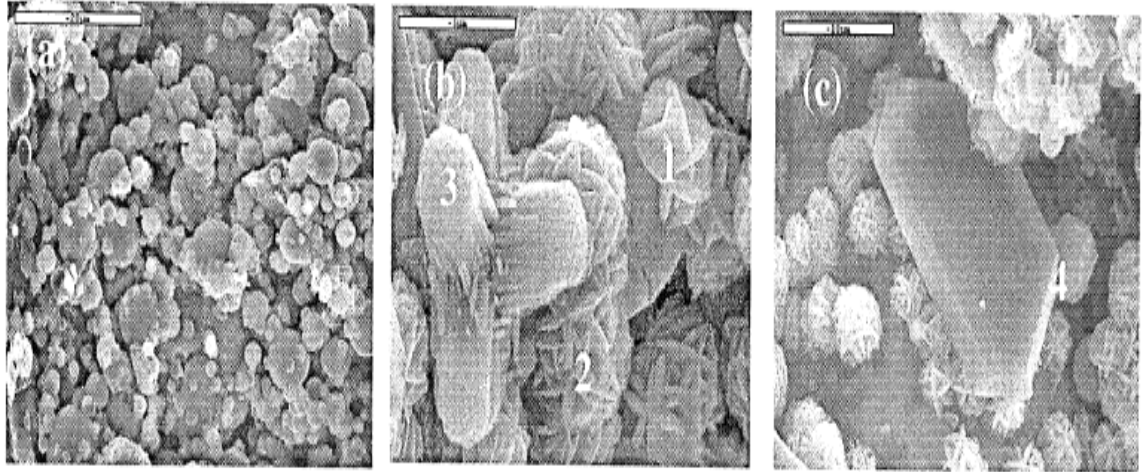


Figura 7. Cinza volante ativada com a solução C: (a) visão geral 20 horas a 85 °C; (b) e (c) 7 dias a 85 °C; P1 e P2 pseudo-cristais de Herschelita; P3 cristais ortorrômnicos em forma de bastão; P4 cristais poliédricos de carbonatos (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

A microestrutura da amostra ativada pela solução C (Figura 7) é a mais porosa entre as amostras estudadas e uma grande quantidade de partículas que não reagiram pode ser encontrada, mesmo transcorridos os sete dias de cura térmica.

É possível observar a formação de pseudo-cristais de Herschelita (Figura 7 (b) pontos 1 e 2), com confirmação por DRX do baixo nível de cristalinidade. A presença de alguns cristais com formato ortorrômnico pode ser observada na imagem, bem como cristais poliédricos correspondentes a carbonatos (Figura 7 (c))

Na Figura 7 (c) pode-se ver que os cristais zeolíticos não se encontram nos poros ou nos espaços deixados pelas partículas que reagiram, mas ocupam amplo espaço no sistema como se fossem produtos principais da reação. Uma possível explicação é a ação acidificadora que o carbonato exerce sobre o meio, reduzindo seu pH. Conseqüentemente, a menor concentração de OH^- reduz a velocidade da reação, o que favorece a cristalização em detrimento da estabilização do gel aluminossilicato amorfo.

A microestrutura da amostra ativada com hidróxido de potássio, com 20 horas de cura térmica, pode ser vista na Figura 8 (a).

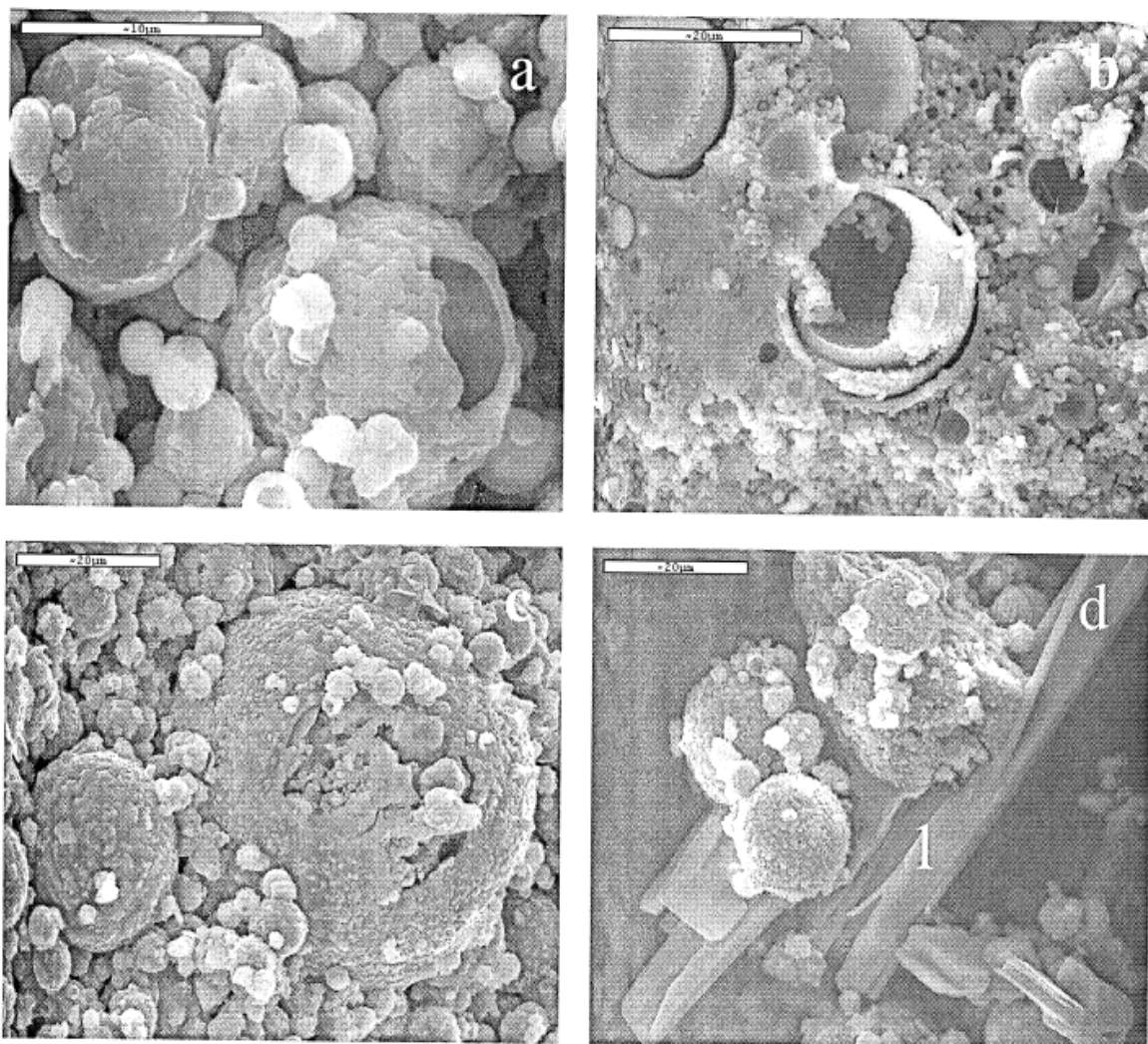


Figura 8. Cinza volante ativada por potássio: (a) solução D 20 horas a 85 °C; (b) solução E 20 horas a 85 °C; (c) e (d) solução F 20 horas e 7 dias a 85 °C; (1) carbonato de potássio (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Diferentemente da amostra ativada por hidróxido de sódio, o produto da reação da amostra ativada com a solução D permanece ligada à superfície da esfera de cinza volante. Como não há precipitação e dispersão do produto pelo sistema, muitos dos vazios permanecem desocupados.

A Figura 8 (b) mostra o resultado da ativação com a solução E. Assim como na solução B, a formação de um meio com maior concentração de OH^- e a presença de silicatos solúveis prontamente disponíveis originou uma matriz bastante compacta, com aparência homogênea e quase vítrea.

Finalmente, nas Figuras 8 (c) e (d) é possível observar a amostra ativada com a solução F. Levando em conta que a reação envolvendo ativadores à base de potássio se processa mais lentamente do que aquelas envolvendo sódio, a acidificação do meio faz com que o sistema se torne bastante granular, com muitas

partículas mantendo seu formato esférico. A matriz é ainda mais porosa do que a encontrada na figura 5 e a presença de carbonatos e bicarbonatos pode ser notada na Figura 6 (d).

Da análise por EDX, uma razão Si/Al média pode ser deduzida. (Tabela 2). Tanto nas amostras ativadas por sódio quanto por potássio, a adição de silicatos aumentou a razão Si/Al (esse aumento foi mais marcante com potássio), o que está relacionado às melhores propriedades mecânicas. No entanto, nos sistemas com sódio a menor razão encontra-se na amostra com carbonato, enquanto nos sistemas com potássio encontra-se na amostra ativada unicamente com hidróxido. Além disso, nas amostras ativadas com sódio, o aumento do tempo de cura térmica está associado ao aumento da razão nas três amostras. O mesmo não pode ser dito dos sistemas ativados por potássio.

Tabela 2. Valor médio composicional da razão Si/Al nos géis aglomerantes de aluminossilicatos (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Amostra	Si/Al (20 h a 85°)	Si/Al (7 dias a 85°)
A	1,90	2,04
B	1,97	2,26
C	1,83	1,99
D	1,65	1,73
E	2,35	2,20
F	1,98	1,95

2.2.1 RELAÇÕES ENTRE COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES MACROSCÓPICAS DOS GEOPOLÍMEROS

2.2.1.1 EFEITO DA RAZÃO Si/Al

Na ativação alcalina de aluminossilicatos, a razão Si/Al está relacionada com o equilíbrio da reação, com a composição e microestrutura do gel produzido e consequentemente com as propriedades mecânicas e durabilidade do produto final (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

Apesar dos efeitos não estarem completamente elucidados, de maneira geral há consenso de que as ligações Si-O-Si são mais fortes do que as ligações Si-O-Al e Al-O-Al. De acordo com alguns autores, os aluminossilicatos mais resistentes são obtidos com razão inicial $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ na faixa de 2 a 4 (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

No entanto, contrariando a ideia de que o aumento do teor inicial de Si seria indefinidamente benéfico, Duxson *et al.* (2005) estudou geopolímeros obtidos a partir de metacaulim e ativados com uma combinação de hidróxido e silicato de sódio e encontrou a tendência a um ponto ótimo para a razão Si/Al.

Ajustando as razões por meio da variação da concentração do silicato de sódio na solução ativadora, propriedades mecânicas e microestrutura foram testadas para razões entre 1,15 e 2,5.

A partir de 1,65 a microestrutura das amostras deixou de apresentar aspecto granular com elevada porosidade encontrado nas amostras com razão menor que 1,4 e passaram a demonstrar aspecto homogêneo e vítreo típico dos geopolímeros ativados pela combinação de hidróxidos e silicatos alcalinos, sendo a faixa entre 1,4 e 1,65 uma zona de transição entre esses dois aspectos (Figura 9).

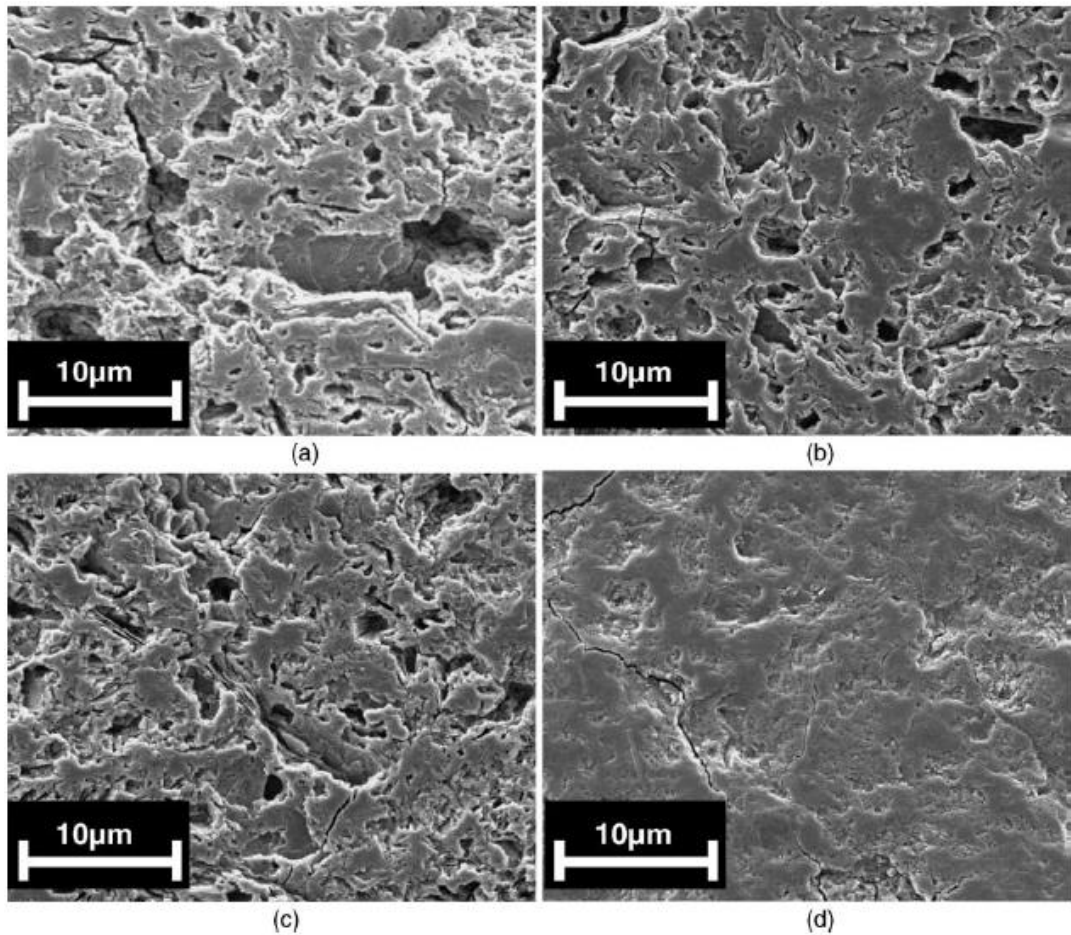


Figura 9. Microscopia (MEV) dos geopolímeros com Si/Al = (a) 1,45; (b) 1,50; (c) 1,55 e (c) 1,60. (DUXSON *et al.*, 2005).

Com relação às propriedades mecânicas, houve aumento da resistência à compressão e do módulo de Young até a razão de 1,90 e então decréscimo para valores maiores (Figura 10).

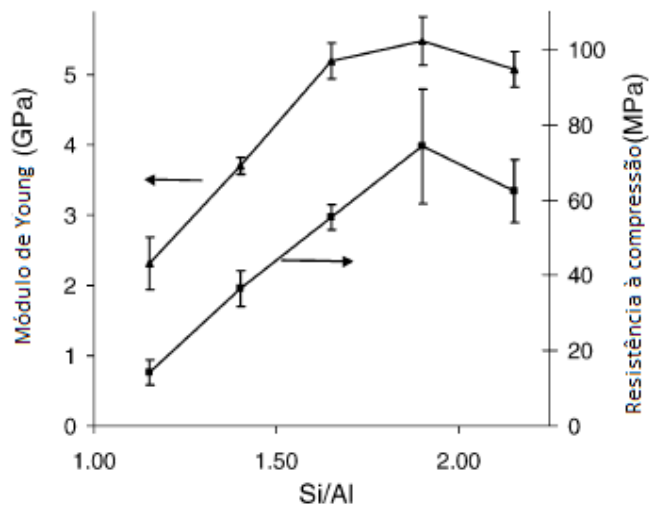


Figura 10. Módulo de *Young* (▲) e resistência à compressão (■) dos geopolímeros. (DUXSON *et al.*, 2005).

Duxson *et al.* (2005) conclui então que a razão Si/Al está intrinsicamente relacionada à microestrutura dos geopolímeros mas quanto às propriedades mecânicas, deve haver outros fatores intervenientes associados.

Contudo, não é correto avaliar a razão Si/Al indiscriminadamente, sem diferenciar as fontes e diferentes características dos aluminatos e silicatos.

A alteração da razão por meio do aumento da concentração de silicatos alcalinos, presentes na solução ativadora, não somente amplia a oferta de silicatos para o sistema, mas oferta silicatos solúveis prontamente disponíveis para a reação.

Em contrapartida, os silicatos provenientes do precursor ainda precisam ser solubilizados. Dessa forma, há distinção entre os efeitos sobre as propriedades do geopolímero baseado na prontidão da disponibilidade dos silicatos. O que não permite generalizar os achados científicos sem fazer antes essa diferenciação. Exatamente pela maior dificuldade em estudar os efeitos da variação da razão Si/Al por meio da alteração do precursor, esses são ainda menos conhecidos.

Da mesma forma, nos geopolímeros ativados apenas com hidróxidos alcalinos a única forma de alterar a razão é por meio do precursor. Os efeitos dessa variação ainda precisam de elucidação.

Outra distinção importante é entre a razão Si/Al reativa e não reativa. Nas fontes de aluminossilicatos utilizadas para a produção de geopolímeros, a fase amorfa coexiste com fases cristalinas minoritárias (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015). Assim, o conteúdo de silicatos e aluminatos das fases cristalinas não se encontraria disponível nem mesmo para o processo de dissolução, realizado pela solução alcalina, devido à baixa reatividade dessas fases.

Além da já demonstrada importância da razão Si/Al, o conteúdo mínimo de aluminatos também é relevante. A dissolução de aluminatos ocorre mais rapidamente que a dos silicatos. O alumínio presente no sistema favorece a formação das ligações Al-O-Si e então a estabilização de um gel rico em alumínio (gel 1). Posteriormente, com o aumento da disponibilidade de silício, o gel se torna mais rico em silício (gel 2) responsável pelo desenvolvimento mecânico do geopolímero (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015). Fernández-Giménez reportou que um conteúdo mínimo de 20% de alumínio reativo é necessário na ativação de cinza volante para garantir bom desenvolvimento mecânico. (FERNÁNDEZ-GIMÉNEZ 2006b, *apud* GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

2.2.1.2 EFEITO DO pH

Os íons OH^- catalisam a dissolução de Si^{4+} e Al^{3+} induzindo a hidrólise das ligações Si-O-Si e Si-O-Al, entre outras, após o que são liberadas na dissolução (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

A Figura 11 mostra a solubilidade da sílica em escórias e aluminossilicatos em função do pH.

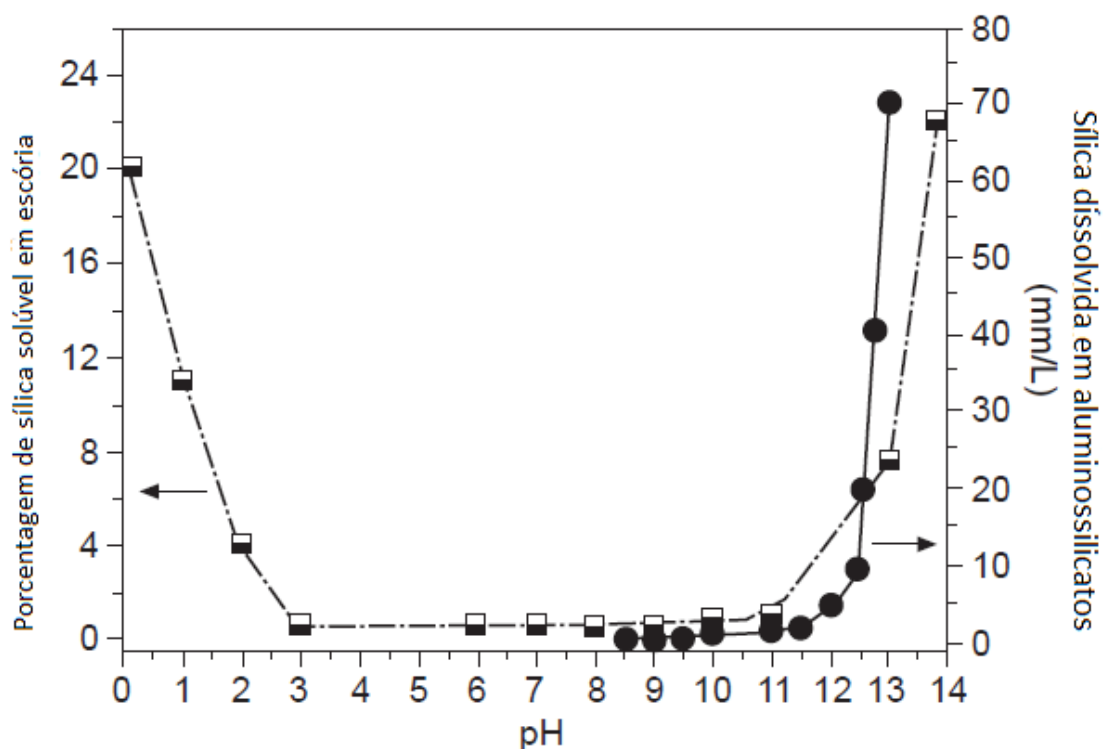


Figura 11. Solubilidade da sílica em escórias e aluminossilicatos (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

Como pode ser observado, as escórias apresentam boa solubilidade para pH acima de 11 e abaixo de 3. No entanto, os compostos formados pela sílica solubilizada em meio ácido não são estáveis. Já em um meio com pH elevado os produtos formados são estáveis e proporcionam propriedades aglomerantes, tanto em escórias quanto em aluminossilicatos.

O alumínio segue tendência semelhante, apresentando solubilidade alta em meio ácido e básico. Em meio ácido, a espécie iônica Al^{3+} prevalece. Em meio básico a espécie $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ prevalece. Exatamente essa a espécie que reage com o silicato já solubilizado, favorecendo a polimerização. (Figura 12)

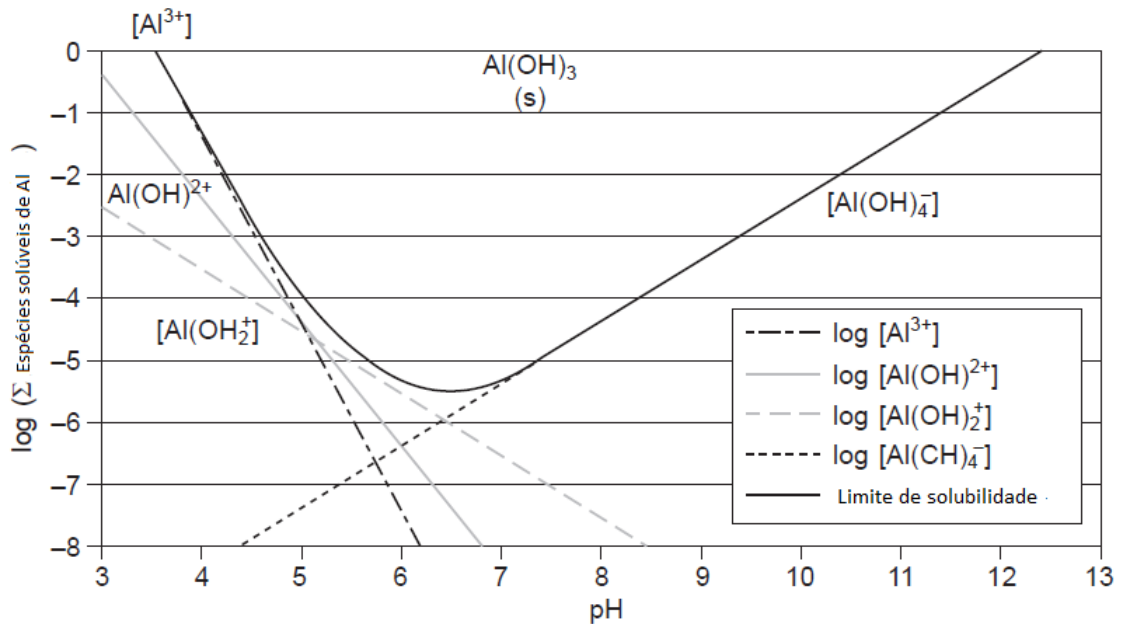


Figura 12. Diagrama de solubilidade para hidróxido de alumínio (somente espécies mononucleares de Al) (HOLT *et al.* 2002 *apud* GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

2.2.2 PARÂMETROS COMPOSICIONAIS DOS GEOPOLÍMEROS ATIVADOS APENAS COM HIDRÓXIDOS ALCALINOS

Algumas relações composicionais são utilizadas como referência para os parâmetros que interferem com as propriedades físicas, químicas e mecânicas dos geopolímeros. As mais encontradas na literatura são: a concentração molar do hidróxido alcalino, a razão água/sólidos e a razão ativador/precursor.

Ainda existem poucos trabalhos que estudaram as relações entre os parâmetros composicionais e as propriedades dos geopolímeros ativados apenas por hidróxidos alcalinos de forma profunda. A interdependência entre os parâmetros torna difícil o estudo de um deles isoladamente, sem que haja variação dos outros. Assim, os resultados devem ser avaliados cuidadosamente.

2.2.2.1 CONCENTRAÇÃO MOLAR (M) DO ATIVADOR

Sendo os hidróxidos de metais alcalinos monobases fortes, ou seja, com dissociação muito próxima dos 100%, a concentração molar, ou molaridade, serve como indicador da concentração tanto do metal como da hidroxila. Assim, é um indicador ligado ao conteúdo do cátion ativador e também do pH e por isso é bastante utilizado.

Rahim *et al.* (2014) testaram o efeito da variação da concentração do ativador (NaOH) sobre a resistência à compressão de pastas geopoliméricas confeccionadas a partir de cinza volante.

Mantendo constante a razão sólidos/líquidos, foram testadas as concentrações de 8M, 10M e 12M. As três molaridades foram estudadas com cura térmica a 60 °C e à temperatura ambiente de 1, 7 e 28 dias.

O trabalho conclui que o aumento da concentração do ativador elevou a resistência à compressão para os dois métodos de cura e para todas as idades. Concluiu também que a cura térmica de 7 dias obteve efeito benéfico. A maior resistência obtida com a cura à temperatura ambiente foi de 17,71 MPa aos 28 dias. Para a cura térmica de 7 dias, o maior valor alcançado foi de 59,81 MPa. No entanto, para cura térmica superior a 7 dias, houve diminuição da resistência. A Figura 13 mostra a evolução das curvas de resistência à compressão em função da molaridade do ativador para espécimes submetidos à cura térmica.

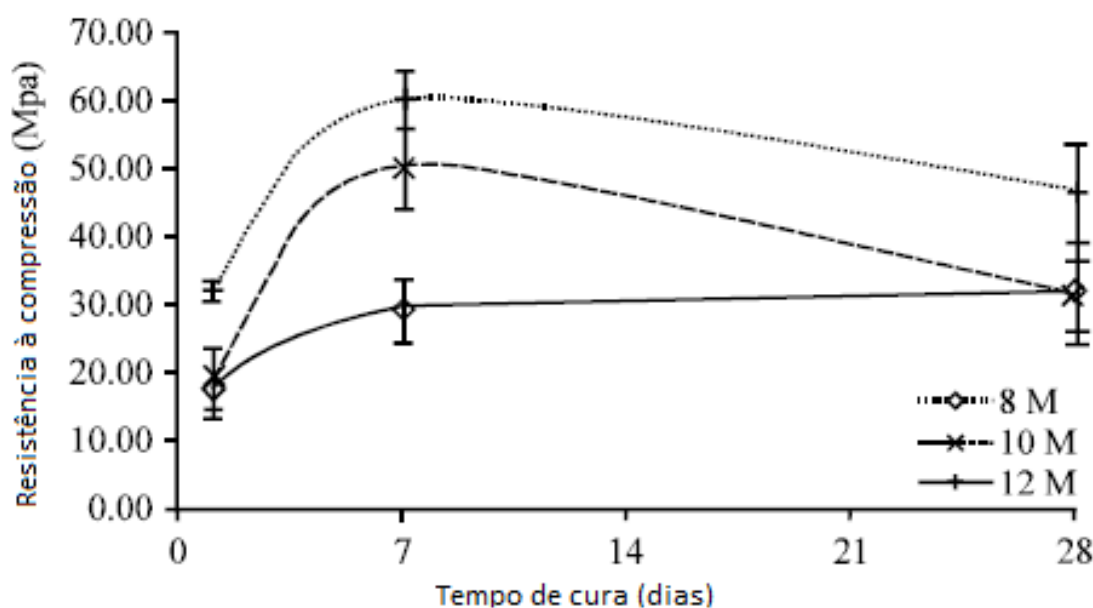


Figura 13. Influência da concentração do ativador sobre a resistência à compressão com cura térmica a 60°C. (RAHIM *et al.*, 2014).

Somna *et al.* (2011) estudou uma gama maior de concentrações. As resistências à compressão de pastas geopoliméricas ativadas por NaOH com razão ativador/precursor constante e mantidas em câmara com temperatura entre 25 e 28 °C foram testadas. Com o objetivo de avaliar a influência de uma maior área superficial e, portanto, reatividade, foi utilizada cinza volante e cinza volante moída.

As concentrações e demais razões molares podem ser vistas na Tabela 3.

Tabela 3. Razões molares iniciais das amostras. (SOMNA *et al.*, 2011).

Amostra	Concentração	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	Na ₂ O/Al ₂ O ₃	H ₂ O/Na ₂ O
4,5 NaOH	4,5	2,81	0,47	16,85
7,0 NaOH	7	2,81	0,63	11,64
9,5 NaOH	9,5	2,81	0,77	8,78
12,0 NaOH	12	2,81	0,91	6,97
14,0 NaOH	14	2,81	1,01	5,94
16,5 NaOH	16,5	2,81	1,12	4,97

Para ambos os precursores o aumento da concentração do ativador resultou em elevação da resistência à compressão até 14M. A molaridade de 16,5M causou diminuição da resistência para valores abaixo da curva para 9,5M (Figuras 14 e 15).

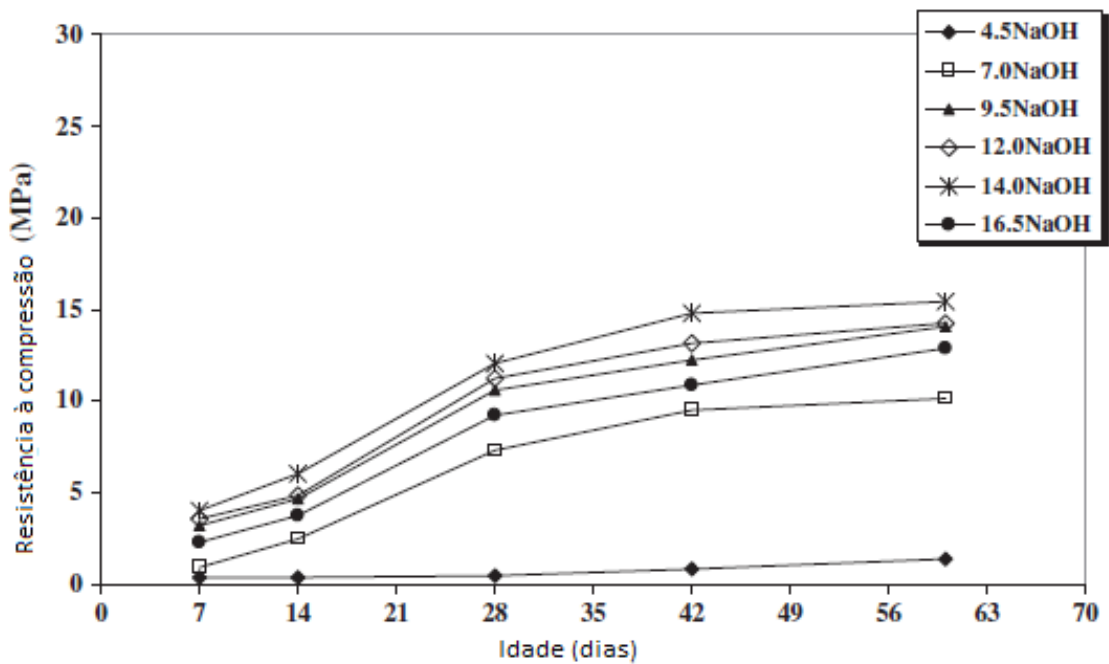


Figura 14. Resistência à compressão para a cinza volante original (SOMNA *et al.*, 2011).

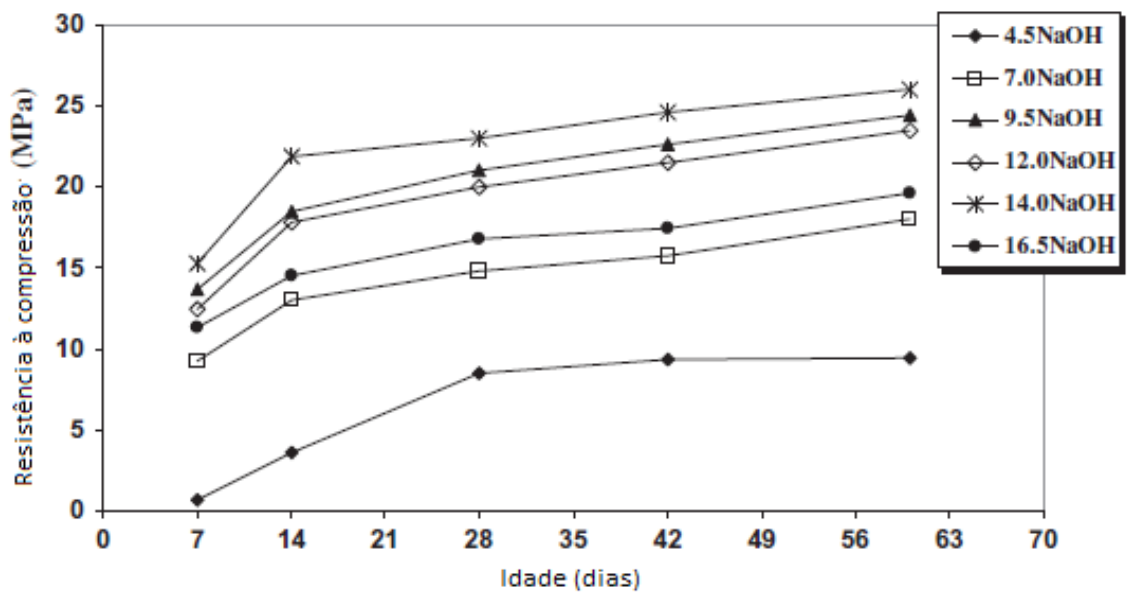


Figura 15. Resistência à compressão para a cinza volante moída (SOMNA *et al.*, 2011).

Segundo os pesquisadores, o aumento da concentração acima de 14M favorece a dissolução e conseqüente liberação de aluminatos e silicatos no meio, porém favorecem também a precipitação precoce do gel aluminossilicato, antes que o mesmo passe pelo processo de enriquecimento do conteúdo de silicatos e ganho de resistência mecânica.

2.2.2.2 RAZÃO ÁGUA/SÓLIDOS

A razão água/sólidos, ou água/aglomerante, é utilizada como referência para composição de muitos aglomerantes. No entanto, quando se trata de geopolímeros possui diferentes implicações. Diferente dos aglomerantes hidráulicos, os geopolímeros não obtêm suas propriedades por meio de reações de hidratação. A água de maneira geral não faz parte da estrutura do produto da reação de polimerização.

São encontradas na literatura diferentes formas de tratar essa relação. As razões água/sólidos, líquidos/sólidos, sólidos/água e sólidos/líquidos, em massa, são as mais comuns.

Rahim *et al.* (2014b) estudou os efeitos da variação da razão sólidos/líquidos sobre o tempo de pega e a resistência à compressão. Nesse caso, os pesquisadores consideraram como sólidos apenas o precursor (cinza volante no trabalho em

questão) em massa. Já para líquidos, a própria solução ativadora (NaOH diluído em água) foi considerada, também em massa.

Com uma concentração fixa de 10M para a solução ativadora, pastas geopoliméricas foram confeccionadas e submetidas à cura térmica a 60 °C por 1, 7, 14 e 28 dias. As razões sólidos/líquidos testadas foram 3, 4 e 5.

Os resultados demonstraram que o aumento da razão resultou em diminuição do tempo de pega (Figura 16).

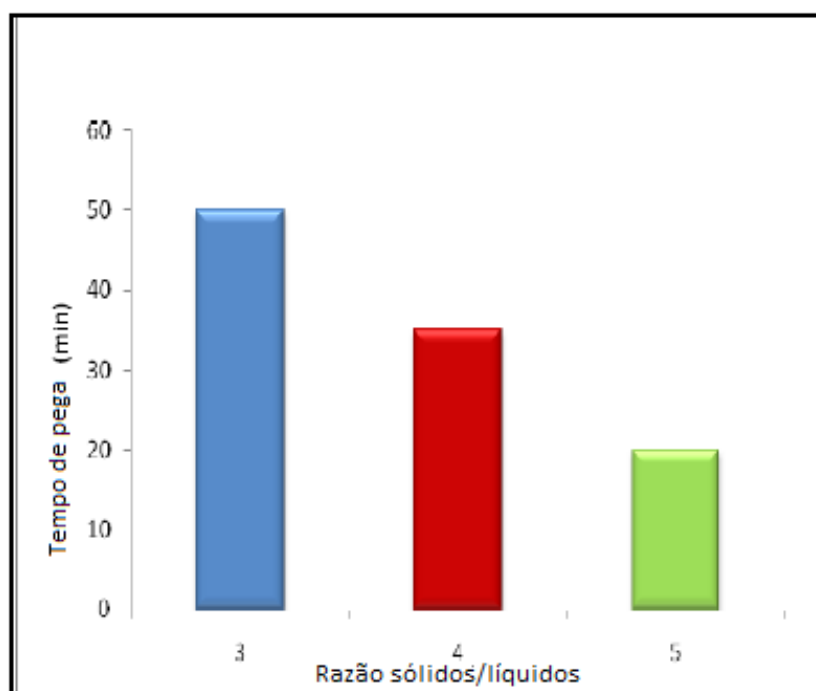


Figura 16. Tempo de pega em função da razão sólidos/líquidos (RAHIM *et al.*, 2014b).

Quanto à resistência à compressão, para 1, 7 e 28 dias de cura térmica a resistência subiu com o aumento da razão sólidos/líquidos, alcançando seu maior valor para razão igual a 4 e diminuindo com razão igual a 5 (Figura 17). Também é possível observar a influência positiva da cura térmica por 7 e 14 dias e negativa para 28 dias.

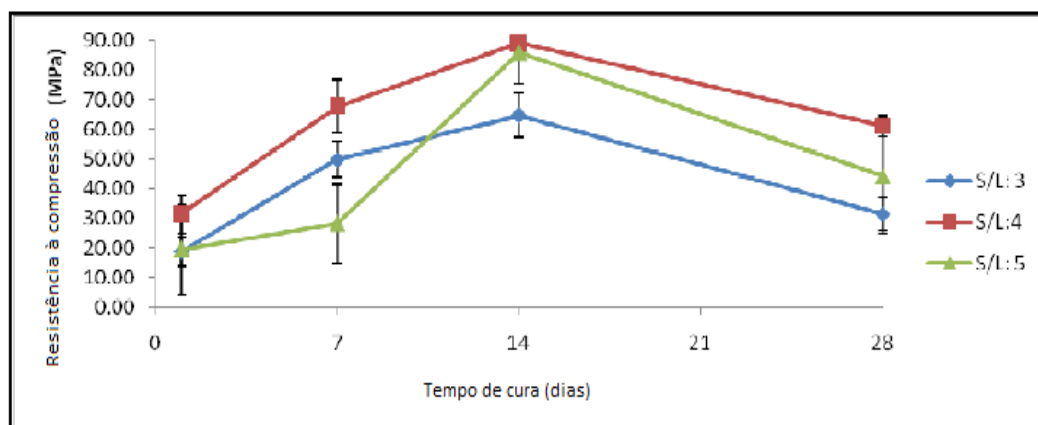


Figura 17. Resistência à compressão em função do tempo de cura para diferentes razões sólidos/líquidos (RAHIM *et al.*, 2014b).

Apesar da conclusão dos pesquisadores, a quantidade de amostras utilizadas foi pequena para definir com clareza a tendência do comportamento das amostras. Além disso, o efeito deletério da cura térmica por 28 dias pode ter influenciado o resultado. É possível ver que para a curva S/L = 5 aos 14 dias de cura a resistência praticamente se iguala à curva S/L = 4. Dessa forma, os resultados são pouco conclusivos.

2.2.2.3 NATUREZA DO ATIVADOR

Como já exposto anteriormente, apesar do NaOH ser o hidróxido alcalino mais utilizado na ativação de geopolímero, muito em função de ser o de menor custo, hidróxidos de outros metais alcalinos e alcalinos terrosos também podem ser utilizados.

A influência da variação da natureza do ativador de NaOH para KOH quanto à microestrutura já foram abordadas. No entanto, as implicações sobre outras propriedades, sejam físicas, químicas e mecânicas ainda são pouco conhecidas e de grande interesse para o desenvolvimento de geopolímeros ativados somente por hidróxidos.

Rahim *et al.* (2015) também estudaram a resistência à compressão de pastas geopoliméricas ativadas por soluções de NaOH e KOH.

Os espécimes foram confeccionados a partir de cinza volante, com razão sólidos/líquidos constante e igual a 3. Foi utilizada cura em temperatura ambiente e cura térmica a 60 °C por 1, 7, 14 e 28 dias (Figura 18).

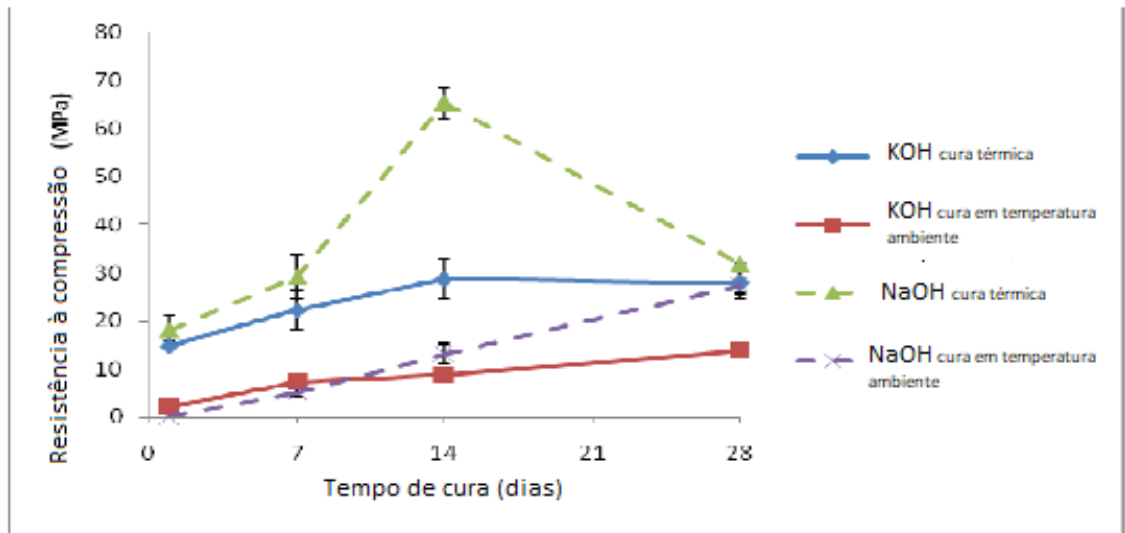


Figura 18. Resistência à compressão de geopolímeros ativados por NaOH ou KOH (RAHIM *et al.*, 2015).

Como pode ser visto no gráfico, para as duas formas de cura, a ativação por NaOH produziu maior resistência à compressão. Os efeitos da cura térmica para ambos os ativadores foram benéficos até os 14 dias e deletérios para 28 dias de cura. Além disso, os efeitos da cura térmica foram mais intensos para os espécimes ativados por NaOH, tanto os efeitos benéficos quanto os deletérios.

2.2.2.4 RAZÃO ATIVADOR/PRECURSOR

Como a razão Si/Al é fixa, uma vez que o precursor é a única fonte de aluminatos e silicatos em geopolímeros ativados somente por hidróxidos alcalinos, a razão ativador/precursor, em massa, é representativa quanto às razões molares que envolvem o metal alcalino presente no ativador e os elementos silício e alumínio (M/Si e M/Al).

Ravikumar *et al.* (2010) estudaram concretos geopoliméricos ativados por NaOH tendo cinza volante como precursor. Foram testados os efeitos da variação dos parâmetros composicionais sobre a resistência à compressão. Os parâmetros variados foram a concentração da solução ativadora e a razão ativador precursor. Os pesquisadores modelaram os resultados na forma de uma superfície, de modo a facilitar a observação dos resultados (Figura 19).

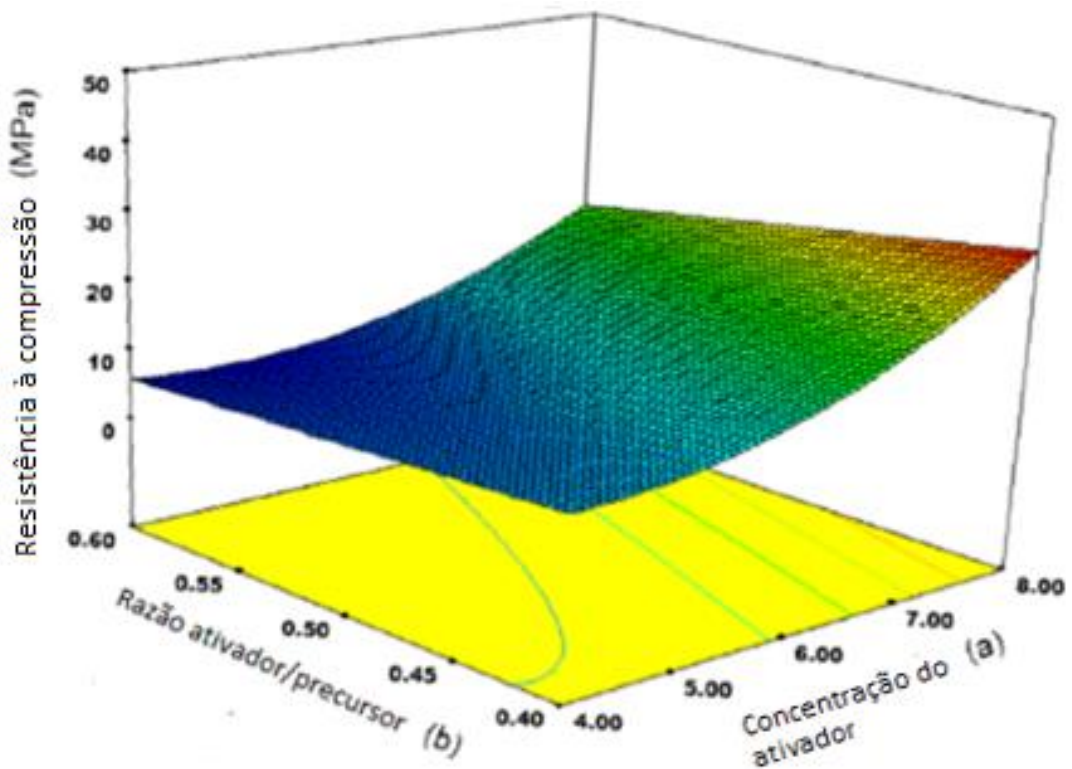


Figura 19. Resistência à compressão de concretos geopoliméricos em função da concentração do ativador e da razão ativador/precursor (RAVIKUMAR *et al.*, 2010).

É possível observar que a resistência à compressão aumenta com a diminuição da razão ativador/precursor dentro da faixa avaliada (0,60 a 0,40) e aumenta com o aumento da concentração do ativador, sendo mais sensível à concentração do que à razão ativador/precursor nas faixas estudadas.

Como mostrado, existe uma relação direta e importante dos parâmetros composicionais e o desenvolvimento da microestrutura dos geopolímeros, resultando em diferentes propriedades físicas, químicas e mecânicas do produto final. Assim, foi a partir desses mesmos parâmetros que o estudo das composições proposto neste trabalho foi realizado.

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Com o objetivo de analisar a viabilidade técnica de argamassas ativadas por hidróxidos de sódio ou potássio, na ausência de silicatos alcalinos, o programa experimental deste trabalho consistiu na caracterização dos materiais utilizados, na realização de um estudo das composições e na realização dos ensaios prescritos na NBR 13281 (ABNT, 2005) relacionados aos requisitos para argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos.

3.1 MATERIAIS

3.1.1 PRECURSOR (METACULIM)

Neste trabalho o precursor utilizado foi o metacaulim fornecido pela Metacaulim do Brasil Ltda. As seguintes técnicas analíticas foram utilizadas para caracterizar importantes propriedades físicas e químicas:

- espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDX);
- difração de raios X (DRX);
- granulometria a laser.

3.1.1.1 EDX DO METACULIM

A espectroscopia de raios X por dispersão de energia é uma técnica analítica usada para análise elementar ou caracterização química de uma amostra. Por meio dela foi possível obter os elementos químicos, em termos de óxidos, que compõem o metacaulim. A Tabela 4 mostra a composição química em porcentagem:

Tabela 4. Composição química, em termos de óxidos, por EDX do metacaulim.

Óxido	Quantidade (%)
SiO ₂	53,254
Al ₂ O ₃	38,939
K ₂ O	3,389
Fe ₂ O ₃	1,599
TiO ₂	1,354
SO ₃	1.348
Outros	0,117

É possível ver na tabela 4 que o metacaulim é composto predominantemente por SiO_2 e Al_2O_3 . Além disso, dividindo a quantidade de óxido de silício pela de óxido de alumínio, razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, também conhecida como módulo sílica-alumina:

$$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{53,25}{38,94} = 1,37$$

Como o precursor (metacaulim) foi a única fonte de óxidos de silício alumínio, essa também foi a razão sílica-alumina das argamassas geopoliméricas preparadas com este metacaulim.

3.1.1.2 DRX DO METACaulim

A difração de raios X é uma técnica usada para determinar a estrutura atômica ou molecular cristalina, na qual os átomos ou moléculas cristalinas fazem com que um feixe de raios X incidente difrate em muitas direções específicas. Medindo os ângulos e as intensidades do feixe difratado, é possível reconhecer as fases cristalinas que compõem a amostra.

No entanto, já foi dito que os aluminossilicatos do metacaulim são provenientes do mineral caulinita e que se tornam reativos após o processo de calcinação, quando deixam de ser cristalinos e se tornam parcialmente amorfos. Então, ao utilizar-se essa técnica no metacaulim pretende-se confirmar que o material é completamente ou predominantemente amorfo, confirmando que o processo de calcinação feito pela empresa fabricante foi eficiente.

Foi utilizado para esse ensaio um difratômetro de pó Rigaku modelo Ultima IV, com radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) com ótica de focalização Bragg-Brentano. O difratômetro opera em geometria theta-theta com o tubo de raios X e o detector movendo-se simultaneamente e de forma sincronizada no plano vertical, enquanto a amostra permanece fixa na posição horizontal.

A amostra foi preparada em forma de pó fino, homogeneizada e passada em peneira *mesh* 200 ($74 \mu\text{m}$) e depositada em pequena cavidade de um porta-amostra de vidro. Foi utilizada potência de 40 kV por 30 mA, com varredura de 2θ entre 3° e 60° com passo de $0,02^\circ$ e tempo de acumulação de 2 segundos.

O difratograma obtido (Figura 20) foi comparado com padrões de difração da base de dados ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) PDF-2 2013 (*Powder Diffraction File*).

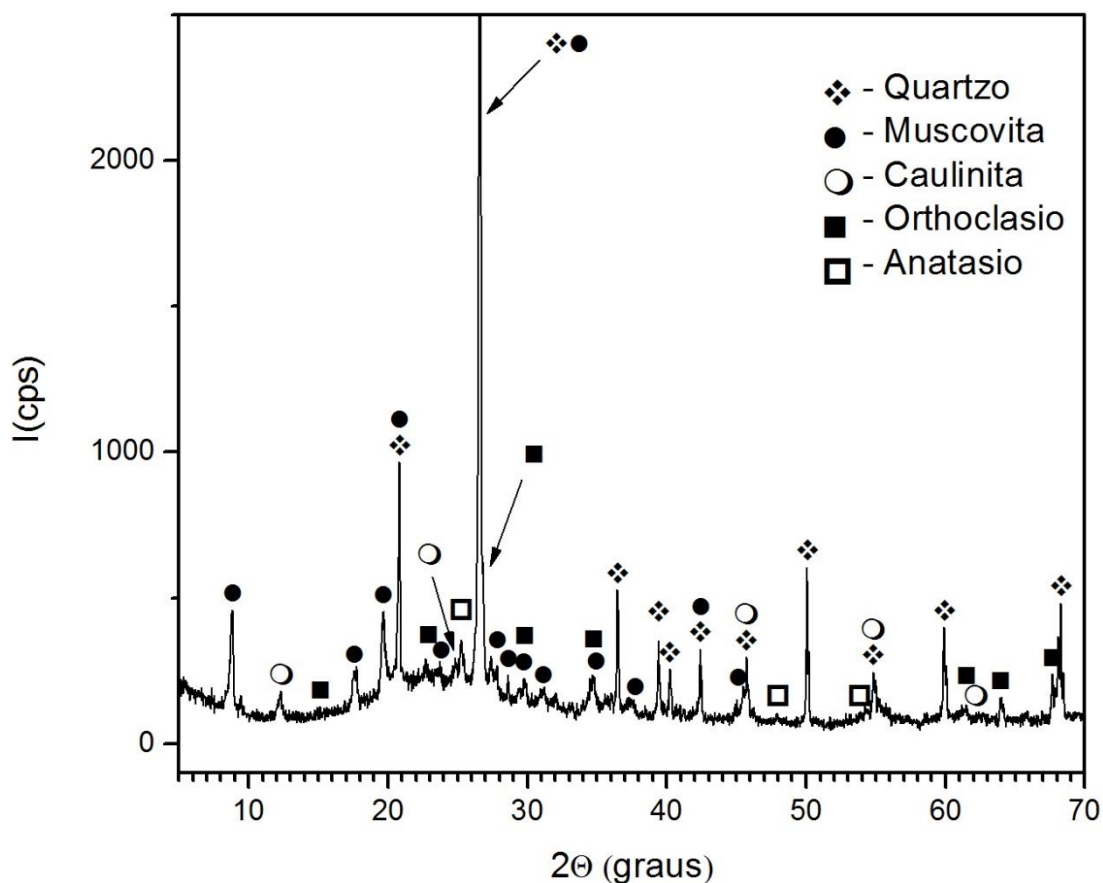


Figura 20. Difratograma do metacaulim.

Como pode ser visto, alguns picos cristalinos estão presentes no difratograma devido às fases cristalinas, como o quartzo, que resistem à temperatura de queima normalmente utilizada na fabricação do metacaulim e, portanto, seriam esperados. Contudo, existem alguns picos que podem ser relacionados à caulinita com algum grau de deterioração. Essa presença é indicativa de que o processo de queima não foi completamente eficiente e que haveria ainda a possibilidade de melhorar a reatividade do metacaulim, alterando a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ reativa e resultando em melhores propriedades mecânicas.

No entanto, ainda que haja a possibilidade de aprimorar o processo de fabricação, uma ampliação do difratograma na região entre 10 e 40 graus permite

visualizar o halo difuso ou halo amorfo (Figura 21). Este é o padrão apresentado por fases amorfas quando submetidos à difração de raios X. Portanto, o metacaulim utilizado neste trabalho apresenta o grau de amorfismo necessário para a ativação alcalina, com a ressalva de que seu desempenho poderia ser melhorado com o aprimoramento do processo de calcinação.

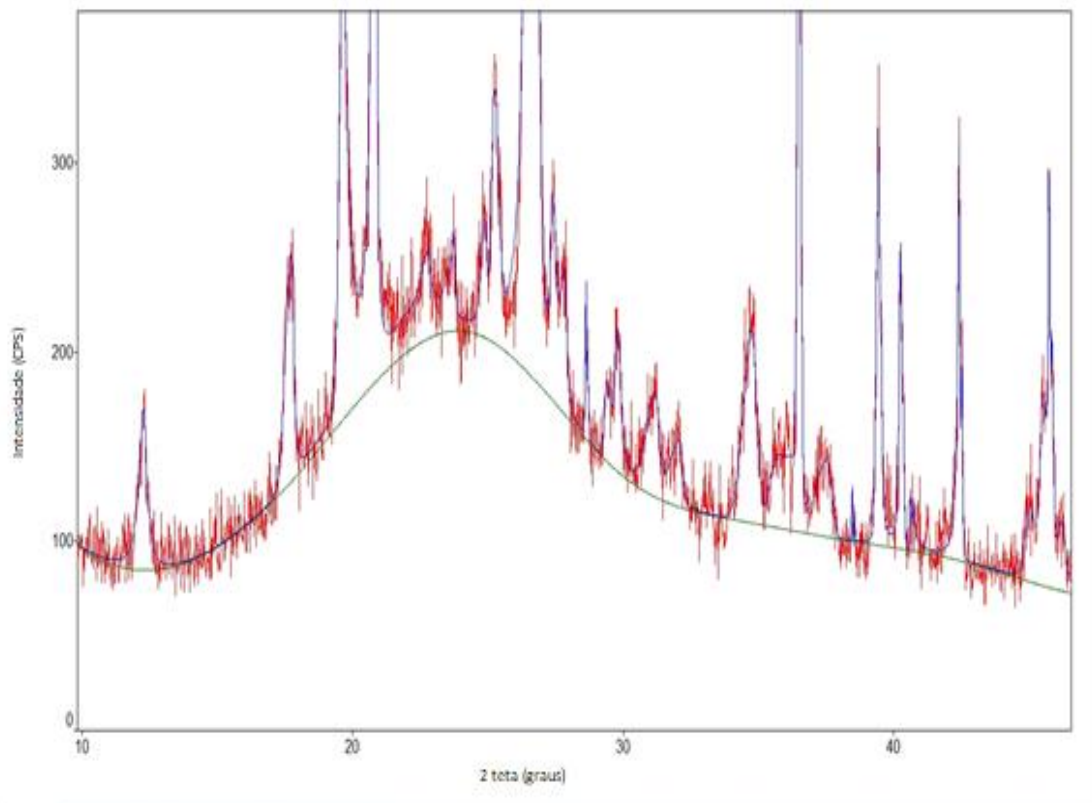


Figura 21. Halo amorfo, característico de materiais amorfos ou semicristalinos.

3.1.1.3 GRANULOMETRIA A LASER

A técnica de difração a laser mede a distribuição de tamanho das partículas por medição da variação angular da luz difundida, à medida que um feixe de laser interage com partículas dispersas da amostra. O ângulo de dispersão é inversamente proporcional ao tamanho da partícula. Com esta técnica é possível observar que o metacaulim utilizado é um material fino, com 100% de material passante em $100\ \mu\text{m}$, e com granulometria uniforme (Figura 22).

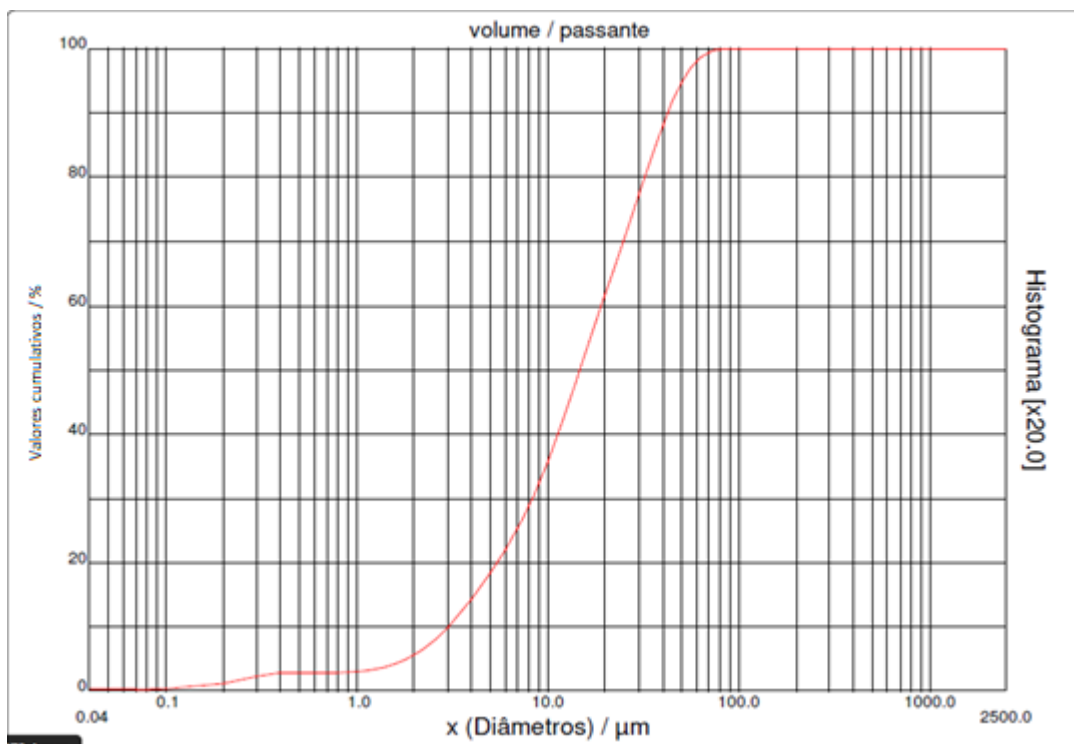


Figura 22. Granulometria a Laser do metacaulim.

3.1.2 SOLUÇÃO ATIVADORA

A solução ativadora foi confeccionada com água destilada para evitar possíveis contaminações e variações nas concentrações. Já os hidróxidos de sódio e potássio usados eram produtos P.A (para análise), indicando alto grau de pureza. O laudo dos fabricantes atestando e especificando o grau de pureza dos produtos se encontra no Anexo 1.

3.1.3 AREIA

Como adição mineral, foi utilizada areia quartzosa da foz do rio Paraíba do Sul, que foi lavada, seca em estufa por 24 horas e passada na peneira #16. A curva granulométrica da areia (Figura 23) e o módulo de finura (2,12) foram obtidos de acordo com a NBR NM 248 (ABNT, 2009). Já a massa específica, calculada pelo método do picnômetro, foi de 2,62 g/cm³.

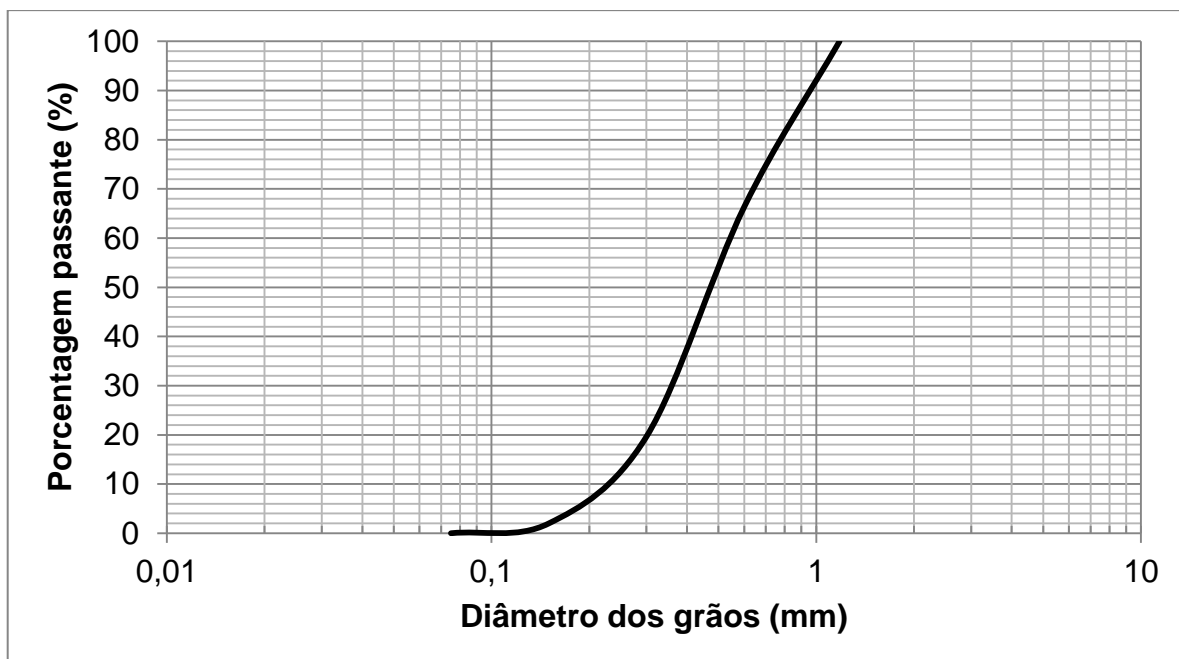


Figura 23. Curva granulométrica da areia.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 ESTUDO DA COMPOSIÇÃO DAS ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS

A nomenclatura utilizada para representar cada composição estudada começa com a letra N ou K, para diferenciar o tipo de ativador alcalino (N para NaOH e K para KOH). Em seguida, seguem as proporções em massa de metacaulim, ativador e areia, sempre com relação ao metacaulim. Por exemplo, na composição N1:0,25:1:0,36 o tipo de ativador é o NaOH, o primeiro número representa a massa de metacaulim (1), o segundo a massa de NaOH (0,25), ou seja, indica que a mesma é de um quarto da massa de metacaulim, o terceiro a massa de areia (1), ou seja, massa igual a do metacaulim. O último número indica a razão água/sólidos da composição, cuja metodologia de cálculo será demonstrada abaixo.

As diferentes composições foram propostas de acordo com a variação dos três principais parâmetros relacionados às propriedades físicas, químicas e mecânicas dos geopolímeros, a saber:

- razão ativador/precursor, calculada como a massa do ativador anidro dividida pela massa de metacaulim;

- razão água/sólidos, calculada como a massa de água dividida pela soma das massas do ativador anidro e do metacaulim;
- concentração molar da solução ativadora, calculada como o número de mols do ativador dividido pelo volume de solução (água + ativador anidro).

Outras variações composicionais se deram em função dos resultados iniciais do estudo e serão oportunamente abordadas na apresentação dos resultados.

Para cada composição foram moldados três corpos de prova cilíndricos com $\varnothing = 5,3 \text{ cm} \times 10,6 \text{ cm}$, rompidos aos sete dias de idade. Com o estudo das composições finalizado e com o comportamento das argamassas conhecido, as duas composições (uma ativada com NaOH e outra com KOH) com as maiores resistências à compressão aos sete dias foram selecionadas para o prosseguimento da análise de viabilidade tecnológica, sendo também utilizadas em todos os outros ensaios, deste estudo.

3.2.1.1 PROCEDIMENTO DE MISTURA

O procedimento de mistura descrito a seguir foi utilizado para a preparação das argamassas para todos os ensaios.

3.2.1.1.1 APARELHAGEM

- misturador mecânico;
- misturador magnético
- béquer;
- espátula.

3.2.1.1.2 SOLUÇÃO ATIVADORA

No preparo da solução ativadora, a massa de água da composição é adicionada ao béquer. Em seguida, a massa de ativador (NaOH ou KOH) é adicionada ao béquer com água. O béquer é posicionado sobre o misturador magnético durante 10 minutos para a dissolução do hidróxido.

A solução é armazenada em recipiente plástico fechado por cerca de 12 a 24 horas para redução da temperatura (o caráter fortemente exotérmico da solução causa aumento da temperatura durante a dissolução), de forma que não haja

aumento da velocidade da reação e, portanto, diminuição do tempo de pega devido à elevada temperatura.

3.2.1.1.3 MISTURA DA ARGAMASSA

O procedimento de preparo das argamassas foi:

- mistura manual da solução ativadora com o metacaulim durante 1 minuto;
- mistura em argamassadeira da solução ativadora e metacaulim por 3 minutos, em velocidade baixa nos primeiros segundos para evitar o lançamento do metacaulim no ar e, em seguida, em velocidade alta;
- parada de 30 segundos para a raspagem do material acumulado nas laterais e na pá do recipiente de mistura;
- adição de areia à mistura progressivamente ao longo de 2 minutos com a argamassadeira em velocidade alta;
- nova parada de 30 segundos para raspagem do material acumulado na lateral e na pá da argamassadeira;
- mistura em velocidade alta por mais 4 minutos.

3.2.1.2 PROCEDIMENTO DE MOLDAGEM

3.2.1.2.1 APARELHAGEM

- fôrmas cilíndricas de PVC com base quadrangular de madeira impermeabilizada;
- argamassadeira;
- mesa de adensamento de argamassa por queda;
- espátula;
- colher;
- soquete padrão.

Após o procedimento de mistura, a argamassa foi moldada nas respectivas formas, com auxílio de uma colher, em 4 camadas. Cada camada recebeu a aplicação de 25 golpes com o soquete, uniformemente distribuídos ao longo da superfície da camada. Subsequentemente, as formas foram submetidas a 30 golpes

na mesa de adensamento de argamassa por queda. Seguidamente, o excesso de argamassa foi retirado e o acabamento da superfície efetuado com a espátula.

As formas permaneceram, então, em superfície plana e em condições climáticas do laboratório até a desforma aos 5 dias de idade. Os corpos de prova desformados também permaneceram em condições climáticas de laboratório, em superfície plana e sem nenhum tipo de proteção ou revestimento até a data do rompimento.

3.2.2 DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO EM FUNÇÃO DA IDADE

A determinação da resistência à compressão em função da idade consistiu na moldagem e rompimento de corpos-de-prova sob o esforço de compressão axial, em idades pré-estabelecidas a fim de verificar a evolução da resistência mecânica em função da idade dos corpos-de-prova, para cada composição de argamassa avaliada.

As composições utilizadas nesse ensaio foram a N1:0,25:1:0,36 e K1:0,35:1:0,34, e o procedimento de preparo foi descrito anteriormente.

3.2.2.1 APARELHAGEM

- fôrmas metálicas com 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura;
- argamassadeira;
- mesa de adensamento de argamassa por queda;
- prensa;
- espátula;
- colher;
- soquete padrão.

3.2.2.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO

Cada composição estudada foi moldada para futuro rompimento nas idades de 1, 3, 7, 14, 21 e 28 dias, em um total de três corpos-de-prova, de $\varnothing = 50 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$, por idade.

Na idade especificada, os corpos-de-prova foram rompidos à compressão axial em uma prensa manual da marca Solotest, com capacidade nominal de 1000 kN (Figura 24).



Figura 24. Ensaio de determinação da resistência à compressão axial.

A prensa fornece a carga de ruptura de cada corpo-de-prova ensaiado. A resistência à compressão axial é então calculada dividindo-se a carga de ruptura pela área da seção transversal do corpo-de-prova.

3.2.3 ENSAIOS RELACIONADOS AOS REQUISITOS PARA ARGAMASSAS DE ASSENTAMENTO E REVESTIMENTO DE PAREDES E TETOS

Para que a viabilidade tecnológica das argamassas pudesse ser demonstrada de forma clara, argamassa ativada com NaOH e outra ativada com KOH foram ensaiadas requisitos da NBR 13281 (ABNT, 2005).

O objetivo da NBR13281 (ABNT, 2005) é fornecer critérios práticos para avaliar e classificar argamassas utilizadas no assentamento e revestimento de

paredes e tetos, já que avaliar o desempenho de argamassas e seus sistemas não é uma tarefa simples.

São sete ensaios prescritos na norma. Cada um possui uma tabela que relaciona os resultados do ensaio com uma classificação alfabética que deve vir exposta na embalagem de argamassas industrializadas ou na nota fiscal, em caso de argamassas usinadas. Os ensaios e as normas para execução de cada um deles estão relacionados abaixo:

- determinação da resistência à compressão: NBR 13279 (ABNT, 2005);
- determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido: NBR 13280 (ABNT, 2005);
- determinação da resistência à tração na flexão: NBR 13279 (ABNT, 2005);
- determinação do coeficiente de capilaridade: NBR 15259 (ABNT, 2005);
- determinação da densidade de massa no estado fresco: NBR 13278 (ABNT, 2005);
- determinação da retenção de água: NBR 13277 (ABNT, 2005);
- determinação da resistência potencial de aderência à tração: NBR 15258 (ABNT, 2005).

3.2.3.1 DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Para o ensaio de determinação da resistência à tração na flexão foram utilizadas as mesmas composições presentes no ensaio de determinação da resistência à compressão. A metodologia do ensaio se baseia nas recomendações da NBR 13279 (ABNT, 2005). O procedimento de mistura da argamassa foi o procedimento já descrito.

A forma prismática utilizada para moldagem dos corpos-de-prova possuía dimensões de 40 mm × 40 mm × 160 mm. Para cada composição foram moldados 3 corpos de prova prismáticos, os quais foram rompidos aos 28 dias de idade.

A moldagem dos corpos-de-prova foi executada em três etapas com 30 golpes na mesa adensadora por quedas depois da execução da última camada.

Para a ruptura, cada corpo-de-prova foi posicionado sob o dispositivo de apoio que recebe diretamente a carga transmitida pela prensa e transmite para o

corpo-de-prova em três pontos de contato (Figura 25). A velocidade de aplicação da carga utilizada foi de 50 ± 10 N/s.



Figura 25. Ensaio para determinação da resistência à tração na flexão.

Foi tomado cuidado para que a superfície rasada do corpo-de-prova não estivesse em contato com o dispositivo de apoio, girando o corpo-de-prova em 90° .

A resistência à tração na flexão foi calculada de acordo com a equação 1:

$$R_f = \frac{1,5 F L}{40^3} \quad (1)$$

onde:

R_f é a resistência à tração na flexão, em MPa;

F é a carga aplicada verticalmente, em newtons;

L é a distância entre os suportes, em mm.

O resultado do ensaio consiste nos resultados individuais de cada corpo-de-prova e a média do trio de corpos-de-prova representativos de cada composição.

Para o ensaio de compressão axial foram utilizadas as metades dos corpos-de-prova do ensaio de tração na flexão. Elas foram posicionadas no dispositivo de apoio do equipamento de ensaio de modo que a face rasada não estivesse em contato com o dispositivo, girando o corpo-de-prova em 90° (Figura 26). A velocidade de aplicação da carga utilizada foi de 500 ± 50 N/s.



Figura 26. Ensaio para determinação da resistência à compressão axial.

A resistência à compressão axial foi calculada segundo a Equação 2:

$$R_c = \frac{F_c}{1600} \quad (2)$$

onde:

R_c é a resistência à compressão, em megapascals;

F_c é a carga máxima aplicada, em newtons;

1600 é a área da seção transversal (40 mm × 40 mm).

A apresentação dos resultados, assim como na tração na flexão, consta dos valores individuais e da média do trio de corpos-de-prova.

3.2.3.2 ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA POTENCIAL DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

O ensaio de determinação da resistência potencial à tração foi executado de acordo com o procedimento recomendado pela NBR 15.258 (ABNT, 2005). O principal objetivo do ensaio é a determinação da resistência potencial à tração da união entre a argamassa e o substrato, diferenciando também se a ruptura ocorre na argamassa, no substrato ou na interface entre os mesmos.

As argamassas utilizadas foram a N 1:0,25:1:0,36 e K 1:0,35:1:0,34. O procedimento de mistura foi o mesmo descrito no estudo das composições.

3.2.3.2.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- substrato-padrão confeccionado em concreto;
- equipamento de tração;
- serra copo;
- escova com cerdas de náilon;
- pastilhas metálicas circulares com 50 mm de diâmetro.

3.2.3.2.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO

Inicialmente o substrato-padrão seco foi posicionado sobre superfície plana e limpo com a escova.

Cada composição de argamassa foi preparada em duas etapas e, então, aplicada sobre o substrato em duas camadas com a utilização de uma colher de pedreiro, pressionando a mesma sobre o substrato para eliminação dos vazios e para garantir que toda a superfície esteja coberta. A primeira camada tinha espessura de aproximadamente 5 mm e a segunda completando um total de 18 ± 2 mm.

Um gabarito de material não absorvente foi empregado para garantir a espessura recomendada e o excesso de material foi retirado por meio da arrasadura com régua metálica.

Os substratos revestidos foram armazenados em condições ambientais de laboratório para serem ensaiados na idade de 28 dias.

Três dias antes da ruptura, 10 corpos-de-prova circulares distando 40 mm das bordas e 20 mm entre si foram cortados dos substratos revestidos, com diâmetro aproximado de 50 mm e profundidade do corte adentrando aproximadamente 1 mm no substrato.

Posteriormente, após terem suas superfícies escovadas para remoção de qualquer partícula solta, pastilhas metálicas (também com diâmetro aproximado de 50 mm) com encaixes específicos para o equipamento de tração foram coladas em cada corpo-de-prova com adesivo epóxi (Figura 27).



Figura 27. Colagem das pastilhas metálicas na superfície do substrato-padrão revestido com argamassa geopolimérica.

O equipamento de tração é acoplado à pastilha. Então, o esforço de tração é aplicado perpendicularmente ao corpo-de-prova. A carga de ruptura em newton (P_i) é anotada e a área superficial em mm é calculada (A_i). O mesmo procedimento foi repetido para cada um dos 10 corpos-de-prova de cada uma das duas composições avaliadas (Figura 28).



Figura 28. Execução do ensaio de determinação da resistência potencial de aderência à tração.

A resistência potencial de aderência à tração é calculada segundo a Equação 3.

$$R_i = \frac{P_i}{A_i} \quad (3)$$

onde:

R_i é a resistência potencial de aderência à tração, em megapascals;

P_i é a carga de ruptura, em newton;

A_i é a área do corpo de prova, em milímetros quadrados.

Além das resistências potenciais de aderência à tração dos 10 corpos-de-prova, para cada composição, a especificação do tipo de ruptura de cada um deles foi especificada pelos índices S, S/A, A e F, sendo:

- S é a ruptura no substrato;
- S/A é a ruptura na interface substrato/argamassa;
- A é a ruptura na argamassa;
- F é a falha na colagem da peça metálica.

3.2.3.3 ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA RETENÇÃO DE ÁGUA.

A retenção de água foi determinada de acordo com o preconizado na norma NBR 13277 (ABNT, 2005). O objetivo do ensaio é mensurar a quantidade de água retida em uma quantidade de argamassa no estado fresco, após a aplicação de uma força de sucção. Esse valor é representativo para a quantidade de água retida pela argamassa quando em contato com um substrato absorvente nas primeiras idades.

As argamassas utilizadas foram as duas composições N1:0,25:1:0,36 e K1:0,35:1:0,34. Foi utilizado o mesmo procedimento de preparo já descrito.

3.2.3.3.1 APARELHAGEM

- funil de Buchner modificado, com bomba de vácuo;
- discos de papel filtro: qualitativos, com 200 mm de diâmetro;
- soquete metálico, padrão;
- régua metálica;
- balança com precisão de 0,1 g;
- cronômetro;
- utensílios de laboratório.

3.2.3.3.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO

Um prato foi colocado sobre o funil para garantir a estanqueidade e um disco papel filtro umedecido com água foi colocado sobre o fundo do prato.

Com a torneira fechada, a bomba de vácuo foi acionada de forma que uma sucção de 51 mm de mercúrio foi aplicada ao sistema. A torneira foi, então, aberta por 90 segundos para retirada do excesso de água do papel filtro e fechada em seguida.

A massa do conjunto funil/papel filtro úmido foi registrada (m_v).

Em seguida, o prato foi preenchido com a argamassa, adensada com 37 golpes do soquete, sendo 16 golpes aplicados uniformemente junto à borda e 21 golpes aplicados em pontos uniformemente distribuídos na parte central da amostra, assegurando o preenchimento uniforme do prato. O excesso de material foi retirado com o uso da régua metálica, com movimentos do centro do prato para a borda, em duas etapas.

A massa do conjunto com a argamassa rasada foi registrada (m_a).

A torneira foi aberta novamente para aplicar à amostra uma sucção de 51 mm de mercúrio por 15 minutos e fechada em seguida (Figura 29).



Figura 29. Execução do ensaio de determinação da retenção de água.

Assim, o prato é retirado do funil e a massa do conjunto mensurada (m_s).

A retenção de água (R_a) é calculada por meio da Equação 4:

$$R_a = \left[1 - \frac{(m_a - m_s)}{AF(m_a - m_v)} \right] 100 \quad (4)$$

Sendo (Equação 5):

$$AF = \frac{m_w}{m + m_w} \quad (5)$$

onde:

m_a é a massa do conjunto com argamassa, em gramas;

m_s é a massa do conjunto após a sucção, em gramas;

m_v é a massa do conjunto vazio, em gramas;

AF é a relação água/argamassa fresca;

m_w é a massa total de água acrescentada à mistura, em gramas;

m é a soma das massas dos componentes anidros da argamassa, em gramas.

3.2.3.4 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE MASSA APARENTE NO ESTADO ENDURECIDO

3.2.3.4.1 APARELHAGEM

- Argamassadeira;
- Estufa;
- Paquímetro.

3.2.3.4.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO

O ensaio para determinação da densidade de massa no estado endurecido possui o objetivo de determinar a densidade aparente de argamassas no seu estado já endurecido. O ensaio foi realizado de acordo com a NBR 13280:2005 (ABNT, 2005).

As argamassas utilizadas foram as duas composições já descritas, N1:0,25:1:0,36 e K1:0,35:1:0,34.

Três corpos-de-prova foram confeccionados de acordo com o procedimento de moldagem já descrito e aos 28 dias de idade colocados em estufa, a uma temperatura de $110 \pm 5^\circ\text{C}$, até atingir constância de massa.

O diâmetro de cada corpo-de-prova foi aferido com auxílio de um paquímetro em duas posições ortogonais em seu terço médio, e a altura em três pontos diferentes. A massa dos corpos-de-prova também foi aferida e registrada.

A densidade de massa aparente no estado endurecido foi então calculada para cada composição, a partir da Equação 6:

$$\gamma_{ap} = 1000 \times \frac{M}{V} \quad (6)$$

onde:

γ_{ap} é a densidade de massa aparente no estado endurecido, em kg/m³;

M é a média das massas dos corpos-de-prova, em g;

V é o volume médio dos corpos-de-prova em cm³, calculado a partir das médias das medidas do diâmetro e da altura.

3.2.3.5 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE MASSA E DO TEOR DE AR INCORPORADO

O ensaio para determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado tem como objetivo determinar a densidade da argamassa no estado fresco e, por meio da comparação do valor encontrado com a densidade teórica, encontrar o teor de ar incorporado. O ensaio foi realizado segundo as recomendações da norma NBR 13278 (ABNT, 2005).

3.2.3.5.1 APARELHAGEM

- balança com resolução de 0,1 g;
- recipiente cilíndrico com capacidade aproximada de 400 ml;
- espátula;
- régua;
- soquete padrão;
- colher.

3.2.3.5.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO

A preparação da argamassa seguiu o mesmo procedimento adotado em todos os ensaios deste trabalho.

Inicialmente, o recipiente cilíndrico vazio foi pesado e sua massa registrada (M_v). Em seguida, o recipiente cheio com água destilada foi pesado novamente e pela diferença entre sua massa no estado vazio e no estado cheio a massa de água foi determinada. Tomando a densidade da água como 1 g/cm³, o volume do recipiente foi verificado e registrado (V_r).

A argamassa foi introduzida no recipiente em três camadas de alturas aproximadamente iguais. Em cada camada foram aplicados 20 golpes com a espátula na posição vertical ao longo do perímetro da argamassa, com o cuidado de na primeira camada não bater fortemente contra o fundo do recipiente e nas demais camadas de não penetrar além da camada imediatamente inferior. Após a execução das três camadas, foram aplicados 5 golpes com o soquete, em intervalos regularmente distribuídos ao redor da parede externa do recipiente. Por fim, o recipiente foi rasado com régua metálica em duas passadas ortogonais entre si. Então a massa do recipiente com a argamassa é registrada (M_c).

A densidade de massa é calculada de acordo com a Equação 7:

$$A = \frac{M_c - M_v}{V_r} \quad (7)$$

onde:

A é a densidade de massa da argamassa no estado fresco, em g/cm³;

M_c é a massa do recipiente contendo a argamassa, em g;

M_v é a massa do recipiente vazio, em g;

V_r é o volume do recipiente, em cm³.

O teor de ar incorporado na argamassa é calculado pela Equação 8.

$$AI = 100 \times \left(1 - \frac{A}{B}\right) \quad (8)$$

onde:

AI é o valor do ar incorporado, em porcentagem;

A é o valor da densidade de massa no estado fresco, em g/cm³;

B é o valor da densidade de massa teórica da argamassa, sem os vazios.

Já a densidade de massa teórica pode ser calculada pela Equação 9:

$$B = \frac{\sum M_i}{\sum \gamma_i} \quad (9)$$

onde:

B é a densidade de massa teórica, em g/cm³;

M_i é a massa individual de cada componente da argamassa, inclusive a massa da água, em g;

γ_i é a densidade de massa de cada componente da argamassa.

3.2.3.6 DETERMINAÇÃO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE E DO COEFICIENTE DE CAPILARIDADE

O objetivo deste ensaio é determinar o coeficiente de capilaridade de uma determinada de argamassa. Esse coeficiente representa a capacidade da argamassa de absorver água por capilaridade.

As composições ensaiadas foram a N1:0,25:1:0,36 e K1:0,35:1:0,34, preparadas conforme o procedimento já descrito.

A execução do ensaio se deu de acordo com a norma NBR 15259 (ABNT, 2005).

3.2.3.6.1 APARELHAGEM

- balança com resolução mínima de 0,01 g e capacidade mínima de 500 g;
- cronômetro;
- recipiente com nível de água constante (mínimo de 45 L);
- espátula;
- utensílios de uso geral em laboratório.

3.2.3.6.2 EXECUÇÃO DO ENSAIO

Foram ensaiados 3 corpos de prova prismáticos com dimensões de 40 mm × 40 mm × 160 mm aos 28 dias de idade para cada composição, segundo as etapas abaixo:

- a superfície dos corpos-de-prova foi lixada com lixa grossa e limpa com pincel;
- a massa inicial (m_0) de cada corpo-de-prova foi registrada;
- a face quadrada dos corpos-de-prova foi imersa em água, com nível constante (5 ± 1 mm);

- a partir da colocação dos corpos-de-prova em contato com a água, a massa de cada um foi determinada, em gramas, aos 10 minutos (m_{10}) e aos 90 minutos (m_{90}).

A absorção de água por capilaridade, para cada tempo, foi calculada de acordo com a Equação 10:

$$A_t = \frac{m_t - m_0}{16} \quad (10)$$

onde:

A_t é a absorção de água por capilaridade para cada tempo, em g/cm²;

m_t é a massa do corpo-de-prova em cada tempo (10 min ou 90 min), em g;

m_0 é a massa inicial do corpo-de-prova, em g;

16 corresponde à área, em cm² da face do corpo-de-prova em contato com a água.

O coeficiente de capilaridade (C) é, por definição, igual ao coeficiente angular da reta que passa pelos pontos representativos das determinações realizadas aos 10 e 90 minutos, considerando como abscissa a raiz do tempo, em minutos, e como ordenada a absorção de água por capilaridade.

O resultado para cada corpo de prova é calculado de acordo com a Equação 11:

$$C = (m_{90} - m_{10}) \quad (11)$$

onde:

C é o coeficiente de capilaridade, em g/dm².min^{1/2}.

O resultado do ensaio consiste nos valores individuais e médios da absorção por capilaridade e do coeficiente de capilaridade. A execução do ensaio pode ser vista na Figura 30.



Figura 30. Ensaio de absorção de água por capilaridade.

Os critérios para a classificação das argamassas segundo a NBR 13281 (ABNT, 2005) para este e cada um dos ensaios que foram descritos serão apresentados junto aos resultados.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ESTUDO DAS COMPOSIÇÕES

Como exposto anteriormente, o estudo das composições se deu pela variação e análise de três importantes parâmetros: relação ativador/precursor, relação água/sólidos e molaridade da solução ativadora.

A estratégia inicial foi utilizar um grande espectro de composições, com o objetivo de mapear os extremos e, com base nos resultados, refinar os intervalos dos parâmetros para encontrar as maiores resistências à compressão.

A proporção de areia escolhida para todas as composições foi de 3:1, em massa, em relação à quantidade de metacaulim. Essa proporção foi escolhida por ser relativamente comum em argamassas de múltiplo uso.

4.1.1 PRIMEIRA SÉRIE DE COMPOSIÇÕES

Na primeira série de composições foram ensaiados corpos-de-prova com as relações ativador/precursor de 1,0; 0,75 e 0,5, e para cada uma delas houve variação da relação água/sólidos de 0,48 a 0,56.

As curvas de solubilidade dos ativadores foram os critérios utilizados para definir as proporções máximas dos mesmos. Assim, as composições com razão ativador/precursor igual a 1,0 possuem uma quantidade próxima à máxima, de acordo também com a quantidade de água utilizada na composição, para soluções homogêneas.

No entanto, todas as composições com relação ativador/precursor igual a 1,0 e algumas iguais a 0,75 e 0,5 não apresentaram endurecimento suficiente para ruptura aos sete dias de idade. Alguns corpos-de-prova, inclusive, sofreram danos durante a desmoldagem. Por esse motivo foram descartados.

A relação das composições e a resistência média à compressão podem ser vistas na Tabela 5.

Verifica-se que somente três composições do grupo 0,75, uma com NaOH e duas com KOH, não foram descartadas. No grupo 0,5 apenas a composição com maior relação água/sólidos (tanto para NaOH quanto para KOH) foram descartadas.

A ausência de resistência mecânica a ponto de gerar desagregação dos corpos-de-prova para elevadas relações ativador/precursor corrobora a tendência reportada por Ravikumar *et al.* (RAVIKUMAR *et al.*, 2010) para concretos

geopoliméricos e sua correspondência para argamassas geopoliméricas. Da mesma forma, o valor utilizado por Somna *et al.* (SOMNA *et al.*, 2011) foi baixo (0,3).

Tabela 5. Primeira série de composições e suas respectivas resistências médias à compressão aos 7 dias de idade.

Ativador	Relação ativador/precursor	Composição	Consumo de metacaulim (kg/m ³)	Resistência média à compressão aos 7 dias de idade (MPa)
KOH	1,0	K1:1:3:0,48	331,8	Descartado
		K1:1:3:0,50		Descartado
		K1:1:3:0,52		Descartado
		K1:1:3:0,54		Descartado
		K1:1:3:0,56		Descartado
	0,75	K1:0,75:3:0,48	345,9	0,59
		K1:0,75:3:0,50		Descartado
		K1:0,75:3:0,52		0,60
		K1:0,75:3:0,54		Descartado
		K1:0,75:3:0,56		Descartado
	0,5	K1:0,5:3:0,48	361,2	1,53
		K1:0,5:3:0,50		1,44
		K1:0,5:3:0,52		1,16
		K1:0,5:3:0,54		1,21
		K1:0,5:3:0,56		Descartado
NaOH	1,0	N1:1:3:0,48	334,1	Descartado
		N1:1:3:0,50		Descartado
		N1:1:3:0,52		Descartado
		N1:1:3:0,54		Descartado
		N1:1:3:0,56		Descartado
	0,75	N1:0,75:3:0,48	347,8	Descartado
		N1:0,75:3:0,50		Descartado
		N1:0,75:3:0,52		Descartado
		N1:0,75:3:0,54		0,59
		N1:0,75:3:0,56		Descartado
	0,5	N1:0,5:3:0,48	362,6	1,09
		N1:0,5:3:0,50		1,03
		N1:0,5:3:0,52		0,88
		N1:0,5:3:0,54		1,07
		N1:0,5:3:0,56		Descartado

4.1.1.1 RELAÇÃO ATIVADOR/PRECURSOR IGUAL A 1,0 E 0,75

Nenhum dos corpos-de-prova com ativador/precursor igual a 1,0 obteve resistência mecânica mensurável, pois muitos desagregaram durante a desmoldagem.

Da mesma forma, apenas duas composições com ativador/precursor igual a 0,75 puderam ser ensaiadas, alcançando resistências médias à compressão muito baixas. Fica claro, então, que elevadas relações ativador/precursor proporcionaram baixas resistências mecânicas. Essa relação é coerente com o fato de que os trabalhos citados anteriormente utilizaram faixas bem inferiores para a relação ativador/precursor (RAVIKUMAR *et al.*, 2010; SOMNA *et al.*, 2011)

4.1.1.2 RELAÇÃO ATIVADOR/PRECURSOR IGUAL A 0,5

Desses corpos-de-prova, somente as duas composições com a maior relação água/sólidos (N1:0,5:3:0,56 e K1:0,5:3:0,56) foram descartadas pelos mesmos motivos já mencionados. As resistências médias à compressão desse grupo, em função da variação da relação água/sólidos, podem ser vistas na Figura 31.

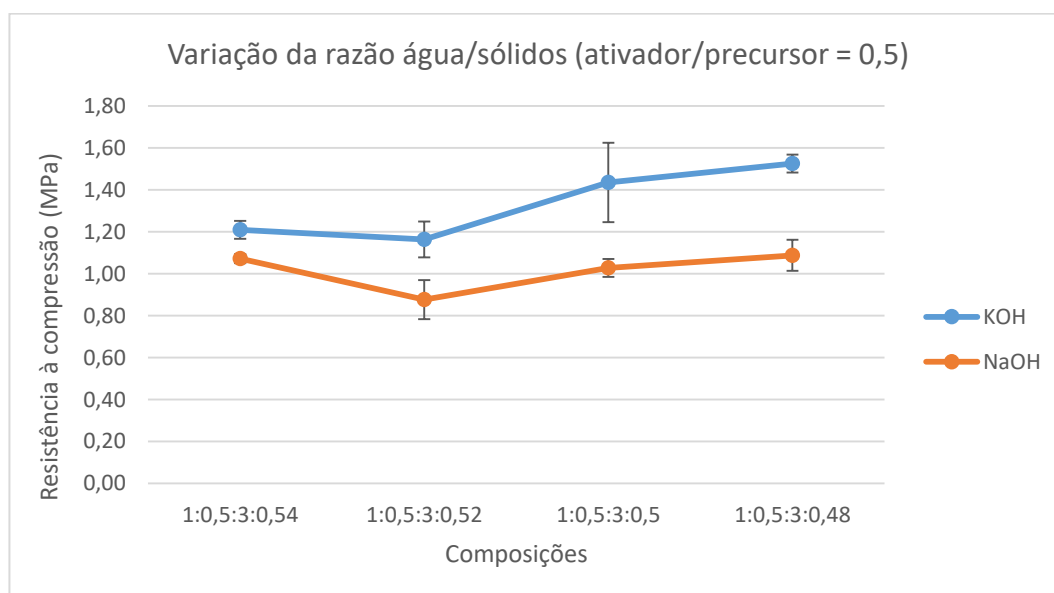


Figura 31. Resistência média à compressão em função da relação água/sólidos para argamassas geopoliméricas com relação ativador/precursor igual a 0,5.

4.1.1.3 ANÁLISE VISUAL E TRABALHABILIDADE

Os corpos-de-prova, depois da desmoldagem, foram protegidos por filme plástico para evitar perda de umidade para o ambiente. Porém, quando da retirada

do filme para execução do ensaio, ainda se apresentavam úmidos, com exsudação da solução aquosa, sendo indicativo de excesso de água e/ou ativador na mistura. Além disso, foi possível notar a friabilidade de alguns corpos-de-prova, possivelmente devido à baixa ativação alcalina do metacaulim em conjunto com a elevada proporção entre o agregado miúdo e o precursor (3:1).

Quanto à trabalhabilidade das misturas, além da óbvia observação que o aumento da relação água/sólidos melhorou a trabalhabilidade, foi possível notar também que o aumento da relação ativador/precursor, para ambos os tipos de ativador, exerceu influência sobre a trabalhabilidade. Para a mesma relação água/sólidos, composições com maior relação ativador/precursor apresentaram melhor trabalhabilidade.

Outra importante observação é a trabalhabilidade superior das composições ativadas por KOH em comparação com as ativadas por NaOH.

Apesar de ter sido possível executar o ensaio mecânico, durante a análise visual dos corpos-de-prova, foi possível observar que essas composições estavam bem distantes da ideal.

4.1.1.4 RESISTÊNCIA MÉDIA À COMPRESSÃO AOS 7 DIAS DE IDADE

As resistências médias à compressão variaram de 0,88 a 1,09 MPa para o NaOH e de 1,16 a 1,53 MPa para o KOH. A resistência mecânica para o KOH foi superior à do NaOH para todas as composições, apesar da diferença não ser significativa.

Verifica-se na Figura 31 que ocorreu diminuição inicial e posterior aumento da resistência mecânica com a diminuição da relação água/sólidos. No entanto, a amplitude da variação desses resultados é pequena, tornando difícil afirmar a existência de uma tendência. Aparentemente, a friabilidade e o excesso de ativador foram mais preponderantes do que a variação da relação água/sólidos.

4.1.2 SEGUNDA SÉRIE DE COMPOSIÇÕES

Para esta série de composições, com o objetivo de diminuir a friabilidade das argamassas, a relação entre o agregado miúdo (areia) e o metacaulim foi diminuída de 3:1 para 1:1. Ademais, como a areia possui o papel de material de preenchimento, diminuir essa relação poderiam tornar mais evidentes e identificáveis os efeitos das variações composicionais da matriz geopolimérica. Além disso, não se

utilizou filme plástico depois da desmoldagem dos corpos-de-prova, para verificar se a água em excesso produziria efeitos deletérios aos produtos finais.

Uma das grandes dificuldades desse estudo foi a impossibilidade de variar somente um parâmetro, fixando os demais. Devido à correlação entre os parâmetros estudados, a variação de um deles implica na variação de pelo menos outro parâmetro. Por exemplo, a variação das relações ativador/precursor ou água/sólidos também causa variação na molaridade da solução ativadora.

Sendo assim, a segunda série de composições foi elaborada para observar o efeito da continuidade da redução da relação ativador/precursor, a partir da série anterior, e da variação da relação água/sólidos.

Como dito, a alteração de qualquer um desses parâmetros isoladamente causa variação da molaridade. Então, as relações ativador/precursor e água/sólidos foram diminuídas proporcionalmente, mantendo a relação entre elas constante e, portanto, mantendo também constante a molaridade da solução ativadora. Seria, portanto, o equivalente a diminuir gradualmente a quantidade de solução ativadora nas composições, ou mesmo a relação solução/sólidos

Para as composições ativadas por NaOH, a molaridade permaneceu igual a 14M. Já as ativadas por KOH permaneceram com 10M. A diferença entre as molaridades se deve à diferença entre as massas molares do NaOH e do KOH, pois para uma mesma massa de NaOH e de KOH, o número de mols de cada composto é diferente.

A relação das composições e suas respectivas resistências médias à compressão são mostradas na Tabela 6 e na Figura 32.

Tabela 6. Relação das composições da segunda série e suas respectivas resistências médias à compressão aos 7 dias de idade.

Ativador	Composição	Resistência média à compressão aos 7 dias de idade (MPa)	Consumo de metacaulim (kg/m ³)	Molaridade da solução ativadora (Mol/L)
KOH	K1 : 0,50 : 1 : 0,44	1,04	498,9	10,0
	K1 : 0,45 : 1 : 0,41	1,89	505,1	
	K1 : 0,40 : 1 : 0,38	2,33	511,4	
	K1 : 0,37 : 1 : 0,36	3,96	515,3	
	K1 : 0,35 : 1 : 0,34	4,44	517,9	
	K1 : 0,33 : 1 : 0,32	4,05	520,5	
NaOH	N1 : 0,50 : 1 : 0,44	1,66	501,5	14,0
	N1 : 0,45 : 1 : 0,41	2,39	507,5	
	N1 : 0,40 : 1 : 0,38	3,32	513,6	
	N1 : 0,37 : 1 : 0,36	8,07	517,3	
	N1 : 0,35 : 1 : 0,34	6,46	519,8	

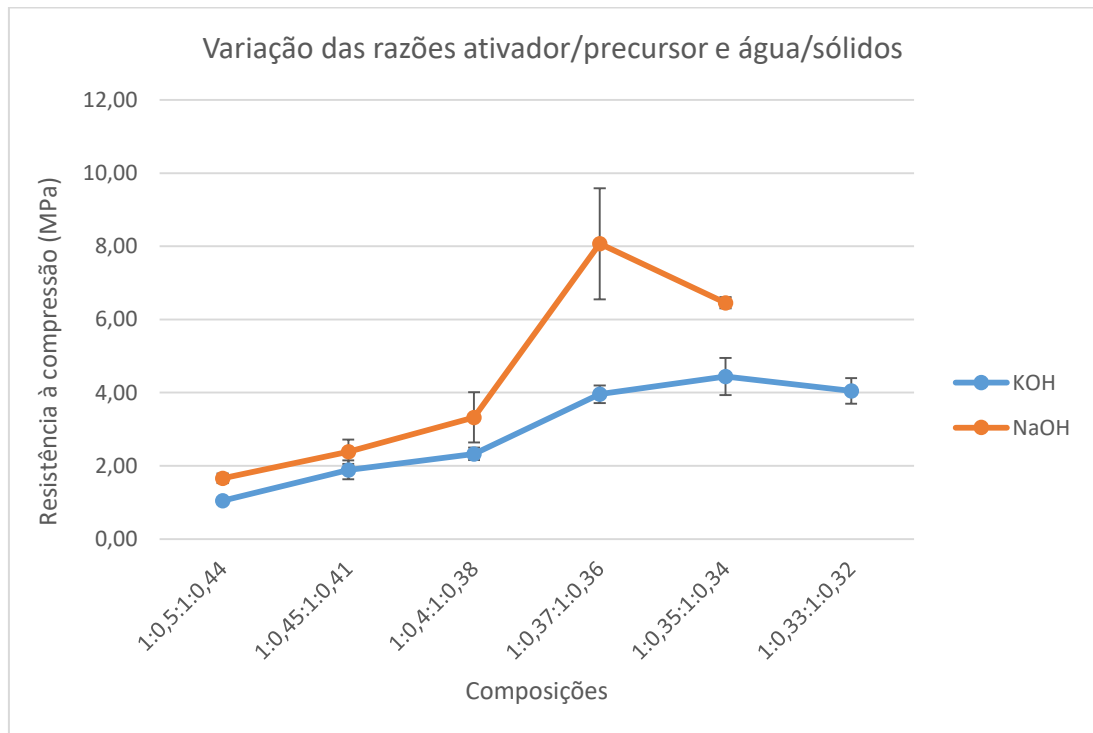


Figura 32. Resistência média à compressão de argamassas geopoliméricas em função das relações ativador/precursor e água/sólidos.

4.1.2.1 ANÁLISE VISUAL E TRABALHABILIDADE

Assim como na primeira série, a redução da relação água/sólidos reduziu a trabalhabilidade da mistura. Além disso, a diferença entre as trabalhabilidades para os diferentes ativadores se confirmou nessa série, como na anterior. Para uma mesma composição, aquela ativada por KOH apresentou trabalhabilidade consideravelmente superior. A trabalhabilidade equivalente da composição ativada por NaOH possui relação água/sólidos imediatamente superior.

Assim, foi possível avaliar a composição com água/sólidos igual a 0,32 para KOH, enquanto para NaOH a última composição passível de mistura e moldagem possuía água/sólidos igual a 0,34.

Com a diminuição da quantidade de areia a questão da friabilidade foi superada. Os corpos-de-prova passaram a exibir, inclusive, melhor acabamento superficial.

Os corpos-de-prova ativados por NaOH apresentaram exsudação para todas as composições. A quantidade de solução exsudada diminuiu proporcionalmente com a redução das quantidades de ativador e água das composições; contudo, ocorreu mesmo na composição mais seca.

Além da exsudação, os corpos-de-prova ativados por NaOH também apresentaram eflorescência, com intensidade variando segundo o mesmo padrão da exsudação, ou seja, diminuindo com a redução das relações ativador/precursor e água/sólidos, mas presente em todas as composições desta série.

A análise química dos cristais brancos formados na superfície dos corpos-de-prova demonstrou tratar-se de carbonato de sódio. Com a evaporação da água presente na solução exsudada, ocorreu a deposição de sódio da solução sobre a superfície dos corpos-de-prova. Este, ao reagir com o CO₂ atmosférico, resultou nos cristais brancos, crescentes com o passar do tempo e que podem ser vistos na Figura 33.



Figura 33. Eflorescência nas argamassas geopoliméricas ativadas por NaOH.

4.1.2.2 RESISTÊNCIA MÉDIA À COMPRESSÃO AOS 7 DIAS DE IDADE

É possível observar que as curvas da Figura 32 apresentaram a tendência de aumento da resistência mecânica com a diminuição das relações ativador/precursor e água/sólidos até determinado valor, a partir do qual ocorre a diminuição da resistência à compressão.

A curva do NaOH, no entanto, apresentou uma variação mais acentuada. Aparentemente, as argamassas ativadas por NaOH se mostraram mais sensíveis, apresentando resistências mecânicas bem abaixo da máxima obtida até então.

No entanto, como dois parâmetros variaram conjuntamente, é necessário analisar os resultados cuidadosamente. Inicialmente, as curvas mostram a existência de um ponto ótimo, em que a resistência mecânica é a maior possível. Porém, o declínio da resistência mecânica pode ser consequência da variação de um dos parâmetros ou ambos.

A baixa trabalhabilidade, o aspecto seco da mistura e a dificuldade de moldar os corpos-de-prova indicam que o limite da relação água/sólidos foi alcançado para cada ativador. Claramente a diminuição dessa relação contribui inicialmente para aumento da resistência mecânica, até que a ausência de água no sistema passe a prejudicá-la por meio de dois mecanismos distintos, a saber:

- comprometimento da trabalhabilidade, visto que a relação água/sólidos está diretamente ligada à essa característica, ainda que não seja a única responsável pela mesma. A partir de determinada trabalhabilidade, os

procedimentos de mistura e moldagem já não são eficazes. Como resultado, têm-se corpos-de-prova pouco homogêneos, contendo falhas pontuais, passíveis de resistências à compressão aquém das que poderiam ser obtidas na ausência das citadas falhas;

- menor eficiência da reação de geopolimerização em cada uma de suas etapas. Sendo a água o meio que permite o contato entre os reagentes, uma quantidade mínima é necessária para que o equilíbrio de cada etapa não seja afetado negativamente. O aumento do número de grãos de metacaulim que não reagem, por falta de contato com o metal alcalino e hidroxilas, e a maior heterogeneidade dos produtos da reação, são possíveis consequências.

Assim como no estudo de Rahim *et al.* (2014b), ficou comprovado o aumento da resistência mecânica com a diminuição da proporção entre líquidos e sólidos na mistura, tendendo a um limite a partir do qual a ausência de líquidos no sistema passa a ser prejudicial. No entanto, a comparação direta dos valores encontrados neste trabalho e no de Rahim *et al.* (2014b) não é coerente, dada as diferenças na natureza do precursor e nos métodos de cura aplicados.

Adotando que a diminuição da relação água/sólidos é a única ou, ao menos, a maior responsável pela diminuição da resistência à compressão, fez-se necessário o estudo da diminuição da relação ativador/precursor.

4.1.3 TERCEIRA SÉRIE DE COMPOSIÇÕES

Com as relações água/sólidos responsáveis pelas resistências mais altas definidas e fixadas para esta terceira série (0,36 para NaOH e 0,34 para KOH), as composições sofreram mudanças na quantidade de ativador. Essas mudanças, por sua vez, resultaram em variações na relação ativador/precursor e na molaridade da solução ativadora.

A proximidade das relações água/sólidos, fixadas para cada ativador, com o limite tornou o processo de moldagem mais difícil. A ocorrência de defeitos pontuais nos corpos-de-prova se refletiu no aumento do desvio-padrão calculado.

A relação das composições, suas respectivas resistências médias à compressão a 7 dias de idade e a molaridade da solução ativadora são mostradas na Tabela 7.

Tabela 7. Relação das composições da terceira série e suas respectivas resistências médias à compressão aos 7 dias de idade.

Ativador	Composição	Resistência média à compressão aos 7 dias de idade (MPa)	Consumo de metacaulim (kg/m ³)	Molaridade da solução ativadora (Mol/L)
KOH	K1 : 0,10 : 1 : 0,40	1,86	553,0	3,64
	K1 : 0,15 : 1 : 0,34	1,92	545,6	5,80
	K1 : 0,20 : 1 : 0,34	3,14	538,4	7,07
	K1 : 0,25 : 1 : 0,34	3,34	531,4	8,13
	K1 : 0,30 : 1 : 0,34	4,06	524,6	9,20
	K1 : 0,35 : 1 : 0,34	4,44	517,9	9,97
	K1 : 0,43 : 1 : 0,34	2,96	507,6	11,15
	K1 : 0,52 : 1 : 0,34	3,17	496,5	12,20
NaOH	N1 : 0,10 : 1 : 0,42	2,69	553,6	4,92
	N1 : 0,15 : 1 : 0,40	5,05	546,5	7,07
	N1 : 0,20 : 1 : 0,40	6,80	539,6	8,71
	N1 : 0,25 : 1 : 0,36	18,65	532,9	11,02
	N1 : 0,28 : 1 : 0,36	9,91	528,9	12,02
	N1 : 0,30 : 1 : 0,36	9,41	526,3	12,28
	N1 : 0,33 : 1 : 0,36	12,36	522,4	13,03
	N1 : 0,37 : 1 : 0,36	8,07	517,3	14,00

Como as composições ativadas por KOH da segunda série possuíam concentração da solução ativadora menor do que aquelas ativadas por NaOH, bem como não apresentaram sinais de excesso de ativador, como exsudação de solução ativadora e eflorescência, foram ensaiadas para KOH composições tanto com diminuição quanto aumento da relação ativador/precursor e molaridade da solução ativadora (Figura 34).

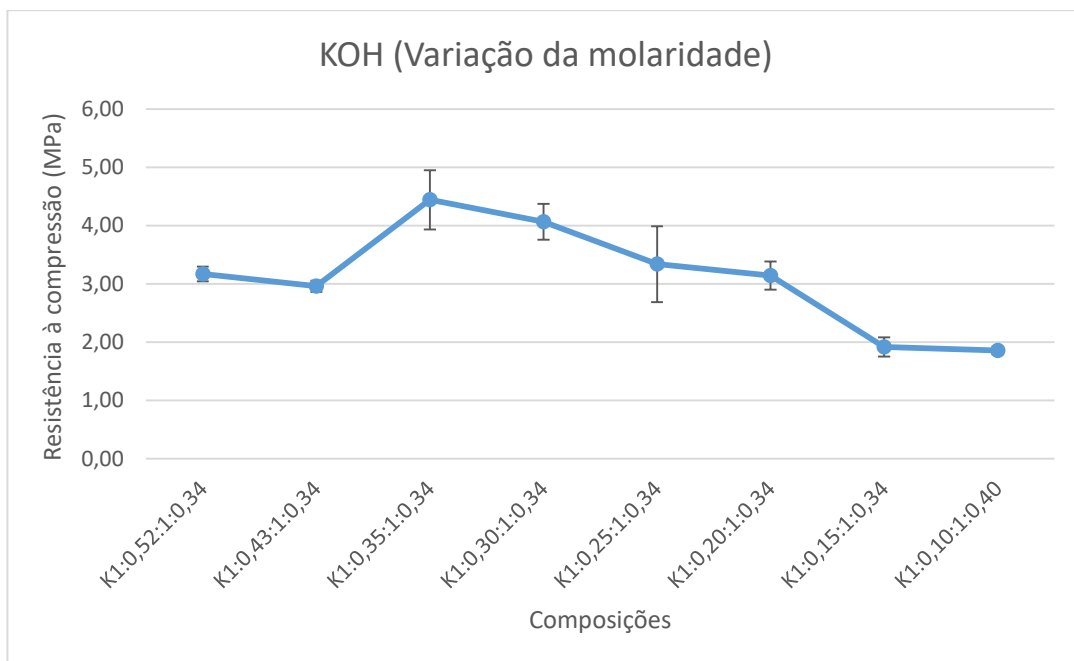


Figura 34. Resistência média à compressão aos 7 dias de idade em função da molaridade e da relação ativador/precursor para argamassas ativadas por KOH.

Já para as argamassas ativadas por NaOH, menores molaridades da solução ativadora e relações ativador/precursor foram ensaiadas, inclusive com o objetivo de determinar a existência de uma quantidade de ativador com a qual não houvesse eflorescência (Figura 35).

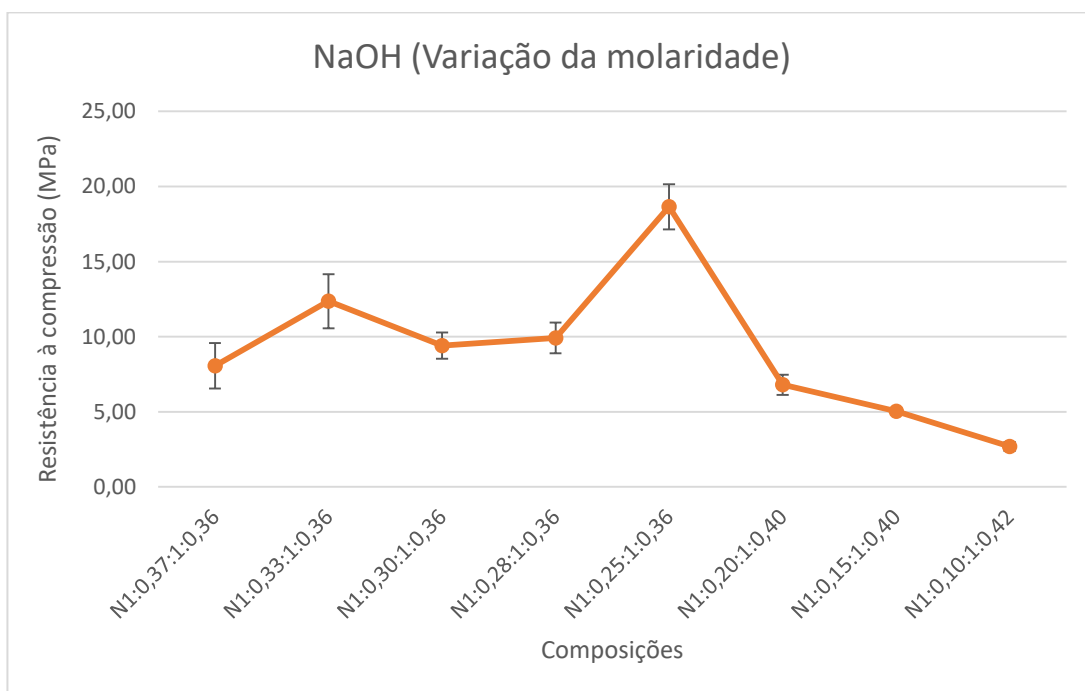


Figura 35. Resistência média à compressão aos 7 dias de idade em função da molaridade e da relação ativador/precursor de argamassas ativadas por NaOH.

4.1.3.1 ANÁLISE VISUAL E TRABALHABILIDADE

A redução da relação ativador/precursor na terceira série de composições confirmou a tendência, apontada na primeira série, de prejuízo à trabalhabilidade da mistura. Quanto menor a quantidade de ativador, para a mesma razão água/sólidos, menos trabalhável se mostraram as composições, dificultando a mistura e moldagem.

As últimas três composições ativadas por NaOH, inclusive, necessitaram do acréscimo de água para viabilizar a mistura e moldagem. Por isso, tiveram suas relações água/sólidos alteradas de 0,36 para 0,40 e 0,42. Uma provável causa para esse efeito é o fato de que o ativador, sendo uma base, ao reagir com a água, sofre dissociação. Dessa forma, o acréscimo de ativador, em detrimento à quantidade de precursor, aumenta a proporção de líquidos na mistura.

Da mesma forma, a melhor da trabalhabilidade das argamassas ativadas por KOH se manteve.

Para confirmar as observações feitas quanto à trabalhabilidade, foi realizado também o *flow table test* com as duas composições de maior resistência à compressão para cada ativador e com as composições com razão ativador/precursor imediatamente inferior. Além disso, o ensaio também foi realizado com a mesma composição para o NaOH e para o KOH. Assim, foi possível confirmar o efeito da variação da razão ativador/precursor e da natureza do ativador sobre a trabalhabilidade.

O ensaio foi feito com uma mesa de adensamento por quedas (mesa para determinação do índice de consistência), da marca Solotest, e molde tronco-cônico metálico. A moldagem da argamassa no molde se deu em três camadas, com 15, 10 e 5 golpes, respectivamente, com o soquete metálico padrão para adensamento. Posteriormente, o conjunto argamassa-molde foi submetido a 30 golpes na mesa de adensamento por quedas, após os quais o molde foi retirado e o diâmetro do espalhamento da argamassa sobre a mesa foi medido em três posições diferentes. As médias desses valores foram:

- N1:0,25:1:0,36 = 148,5 mm;
- N1:0,20:1:0,36 = 141,5 mm;
- K1:0,35:1:0,34 = 177,0 mm;
- K1:0,30:1:0,34 = 166,3 mm;
- N1:0,40:1:0,38 = 209,3 mm;

- $K1:0,40:1:0,38 = 348,0 \text{ mm}$.

Os valores confirmam as observações visuais já mencionadas. O aumento da quantidade de ativador, tanto para o NaOH quanto para KOH, aumentou a trabalhabilidade da mistura e ocasionou maior espalhamento da respectiva argamassa. Com relação à comparação entre os ativadores, para uma mesma composição, a argamassa confeccionada com KOH apresentou espalhamento e, portanto, trabalhabilidade, bastante superior àquela confeccionada com NaOH.

Além disso, nenhuma dessas composições apresentou exsudação e eflorescência. Com a diminuição da relação ativador/precursor, a exsudação e a eflorescência diminuíram gradualmente (Figura 36).



Figura 36. Diminuição gradual da eflorescência com a diminuição (da direita para a esquerda) da relação ativador/precursor, para argamassas geopoliméricas ativadas por NaOH.

A partir da relação ativador/precursor igual a 0,28 não houve mais exsudação. A eflorescência, no entanto, apesar de diminuir drasticamente, não ocorreu somente para relações abaixo de 0,20. Ou seja, para composições com baixa resistência mecânica.

Alguns pesquisadores atribuem diversas diferenças em propriedades físicas e mecânicas às diferenças atômicas entre o Na^+ e o K^+ (SEVERO *et al.*, 2013). Potencialmente, algumas dessas diferenças poderiam explicar o comportamento exibido neste trabalho quanto à trabalhabilidade, exsudação e eflorescência.

Os átomos de Na^+ e K^+ possuem raios atômicos diferentes, sendo o átomo de Na^+ razoavelmente menor. Uma das consequências dessa diferença é o tamanho da esfera de hidratação de cada um dos respectivos cátions. Quando os íons passam por hidratação, ou solvatação, um determinado número de moléculas de água se forma por atração elétrica, e uma esfera ao redor do íon, chamada de esfera de hidratação, é formada (Figura 37).

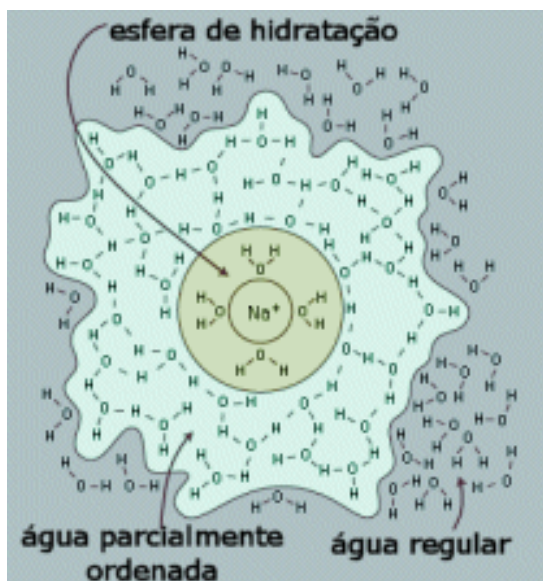


Figura 37. Ilustração da esfera de hidratação.

O K^+ possui esfera de hidratação maior do que o Na^+ ; dessa forma, a maior trabalhabilidade das composições confeccionadas com potássio poderia estar relacionada com sua maior capacidade de hidratar a mistura.

Além disso, os cátions alcalinos em excesso, bem como a água, permanecem aprisionados entre os poros e capilares do geopolímero. O menor raio atômico do Na^+ favoreceria a percolação dos cátions em excesso, assim como a difusão atômica dos átomos de sódio pertencentes à estrutura, em comparação com o K^+ . Com a maior facilidade dos cátions K^+ em excesso permanecerem aprisionados, a maior esfera de hidratação possibilitaria também a permanência das moléculas de água. Ao contrário, a maior densidade de carga dos cátions de Na^+ permitiria a percolação de moléculas da água ligadas a esse cátion.

Esse mecanismo é coerente com a ausência de exsudação e eflorescência nas composições ativadas por KOH, mesmo nas maiores molaridades da solução ativadora e relação ativador/precursor. No entanto, somente a evidência empírica

não é suficiente para afirmar categoricamente essa relação de causa e efeito, tão pouco para compreender plenamente seu funcionamento.

4.1.3.2 RESISTÊNCIA MÉDIA À COMPRESSÃO AOS 7 DIAS DE IDADE

As argamassas ativadas por KOH da terceira série tiveram diminuição da resistência à compressão com o aumento da relação ativador/precursor e conseqüente aumento da concentração molar da solução ativadora. Com a diminuição desses mesmos parâmetros, houve também diminuição da resistência mecânica, porém de maneira mais discreta. Considerando o desvio-padrão, as quatro composições com relação ativador/precursor de 0,35 a 0,20 permaneceram consideravelmente próximas, com queda de resistência mecânica para as duas últimas composições. Contudo, a composição K1:0,35:1:0,34 permaneceu como a mais resistente, com média de 4,44 MPa.

Já para as argamassas ativadas por NaOH, a diminuição da relação ativador/precursor e da concentração molar da solução ativadora resultou em uma curva irregular com elevações e reduções. Porém, apesar das variações, o resultado para as relações de 0,33 a 0,28 permaneceu próximo, considerando os desvios-padrão e, ainda assim, acima da resistência mecânica da composição inicial. Em seguida houve aumento significativo da resistência mecânica, alcançando a máxima de todo este estudo, igual a 18,65 MPa para a composição N1:0,25:1:0,36. Posteriormente, seguiu-se queda brusca e, por fim, queda suave para as últimas duas composições.

A relação ativador/precursor e a concentração molar da solução ativadora estabelecem um equilíbrio complexo na mistura. Altas concentrações proporcionam o pH elevado o suficiente para a dissolução eficiente dos aluminossilicatos, como mostram os diagramas de solubilidade (Figuras 11 e 12). No entanto, os resultados apresentados indicam que a quantidade de ativador responsável por elevar o pH é superior à quantidade fixada na estrutura dos produtos da reação de geopolimerização.

A medida do pH foi realizada para as composições com maior resistência à compressão aos 7 dias e para as composições com relação ativador/precursor imediatamente abaixo, para determinar se a variação do pH foi de ordem de grandeza relevante e se o pH das composições com menor ativador/precursor estaria abaixo do mínimo necessário para a solubilização dos aluminossilicatos.

O equipamento utilizado foi um peagâmetro de bancada da marca Micronal, modelo B-374. O tempo de aproximadamente 10 minutos entre cada medição foi aguardado para estabilização do equipamento. Os resultados encontrados foram:

- N 1:0,25:1:0,36 = 13,1;
- N 1:0,20:1:0,36 = 12,9;
- K 1:0,35:1:0,34 = 15,3;
- K 1:0,30:1:0,34 = 14,8.

Os resultados confirmam que a diminuição da quantidade de ativador provoca redução nos valores de pH e, embora uma diferença decimal já seja relevante, dado o caráter logarítmico da escala, todos os valores se encontram acima do mínimo (em torno de 11,5) permitido para a solubilização dos aluminossilicatos (Figuras 11 e 12).

Tanto os resultados deste estudo quanto os da literatura (RAVIKUMAR *et al.* 2010) demonstram que o excesso de ativador possui efeito negativo sobre a resistência à compressão. Contudo, a elucidação plena de como decorre esse processo ainda não foi possível. A complexidade desse equilíbrio se reflete na irregularidade da curva, a qual não apresenta uma tendência coerente.

De forma geral, a diminuição da relação ativador/precursor contribui para o aumento da resistência mecânica para ambos os ativadores, em que pese também a contribuição negativa da diminuição do pH. As composições N1:0,25:1:0,36 e K1:0,35:1:0,34 apresentaram o melhor equilíbrio para essas duas tendências conflitantes, resultando na maior resistência à compressão em cada uma das curvas. Para as composições com menores relações ativador/precursor, a quantidade de ativador não é suficiente para a ativação adequada do precursor.

Também é interessante observar que os melhores resultados se encontram próximos ao limite a partir do qual a ativação não é mais eficiente.

4.2 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO EM FUNÇÃO DA IDADE

De posse dos resultados acima, uma composição para cada ativador foi escolhida para o prosseguimento do estudo.

As composições N1:0,25:1:0,36 e K1:0,35:1:0,34 foram escolhidas por apresentar as maiores resistências médias à compressão aos 7 dias de idade. Apesar de ter a questão da exsudação solucionada para essa composição ativada por NaOH, a eflorescência não foi completamente superada, apesar de ter diminuído drasticamente.

Assim, foi determinada a resistência à compressão para essas duas composições nas idades de 1, 3, 7, 14, 21 e 28 dias (Figura 38).

A evolução da resistência mecânica em função da idade confirma que a composição ativada por NaOH alcançou resistência máxima (21,89 MPa) bem superior à composição ativada por KOH (3,87 MPa), assim como no trabalho de Rahim *et al.* (RAHIM *et al.*, 2015) (em torno de 20 MPa para NaOH e 10 MPa para KOH).

Para KOH, 94,65% da resistência máxima já haviam sido alcançados aos 7 dias de idade, comportamento típico dos geopolímeros. Já para NaOH, aos 7 dias 64,46% da resistência máxima havia sido alcançada e 94,65% aos 14 dias. Apesar de menos característico, pode-se dizer que boa parte da resistência mecânica foi alcançada aos 7 dias de idade para o NaOH.

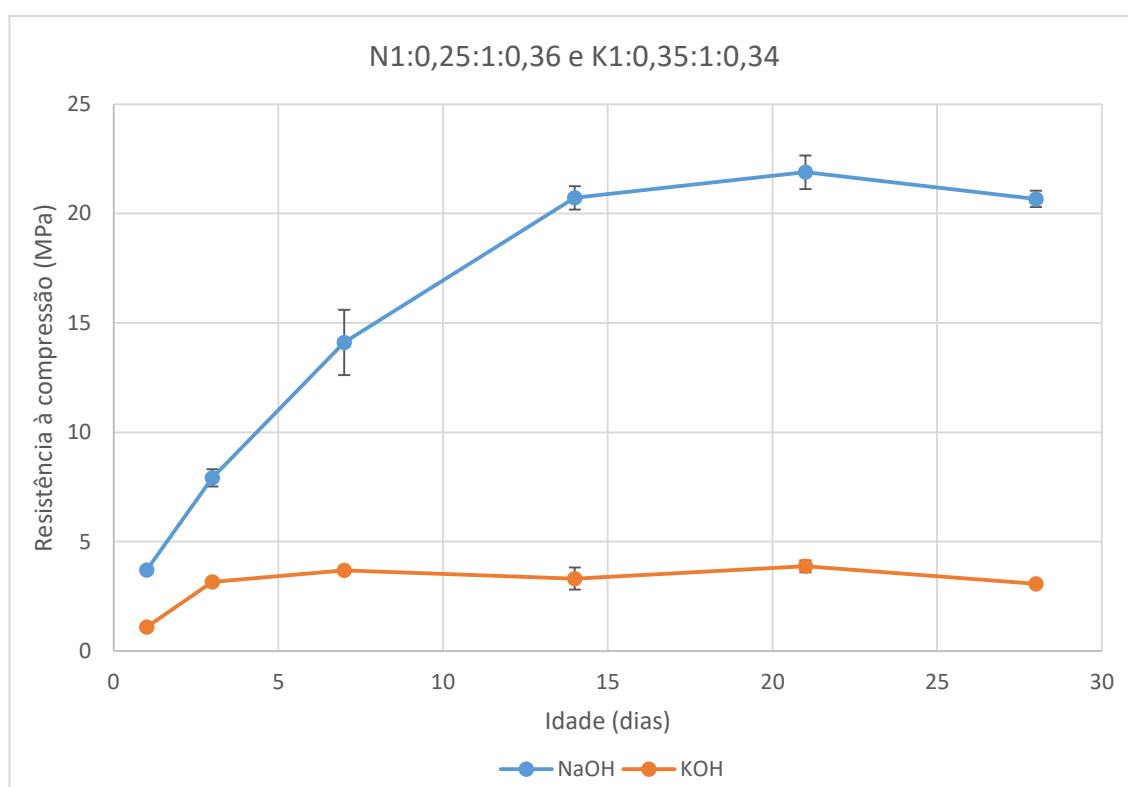


Figura 38. Resistência média à compressão em função da idade.

4.3 REQUISITOS DA NBR 13281 (ABNT, 2005)

4.3.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Apesar da resistência mecânica (tração e compressão) não ser uma propriedade tão importante para argamassas como é para concretos, possui relação estreita com outras propriedades físicas e mecânicas como permeabilidade, porosidade, entre outras. Por isso, a resistência mecânica figura como um importante indicador de qualidade e desempenho para argamassas.

Os resultados do ensaio de resistência à compressão, de acordo com a NBR 13279 (ABNT, 2005), para as duas composições selecionadas são mostradas na Tabela 8.

Tabela 8. Resistência média à compressão aos 28 dias das composições selecionadas.

Composição	Resistência média à compressão aos 28 dias (MPa)
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	4,66
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	14,62

A classificação da NBR 13281 (ABNT, 2005) em função da resistência à compressão aos 28 dias das argamassas é mostrada na Tabela 9.

Tabela 9. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da resistência à compressão aos 28 dias, segundo a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Resistência à compressão (MPa)	Método de ensaio
P1	≤ 2,0	NBR 13279 (ABNT, 2005)
P2	1,5 a 3,0	
P3	2,5 a 4,5	
P4	4,0 a 6,5	
P5	5,5 a 9,0	
P6	> 8,0	

Logo, de acordo com a classificação, a composição K1:0,35:1:0,34 pertence à classe P4. Já a composição N1:0,25:1:0,36 pertence à classe mais alta P6, superando significativamente, inclusive, a exigência dessa classe.

Assim como no estudo das composições, a resistência à compressão da composição ativada por NaOH foi bem maior do que a ativada por KOH.

Murta (MURTA, 2008) estudou argamassas alcalinamente ativadas por hidróxido de cálcio e cal virgem, tendo como precursor metacaulim. Com uma relação CaO/SiO₂ de 0,75, líquidos/sólidos de 0,91 e metacaulim/areia de 1:3, a argamassa ativada por cal virgem alcançou cerca de 20 MPa aos 28 dias. A argamassa ativada por hidróxido de cálcio obteve cerca de 7 MPa com CaO/SiO₂ de 1,5, líquidos/sólidos de 0,80 e metacaulim/areia de 1:3.

Comparando as duas formas de ativação alcalina, a ativação com hidróxido de cálcio apresentou resultados intermediários entre as ativações por KOH e NaOH. Já a ativação por cal virgem obteve resultado similar à ativação por NaOH. No entanto, as argamassas foram confeccionadas com maior proporção de carga mineral (areia), o que representa menores custos de produção.

4.3.2 DENSIDADE DE MASSA APARENTE NO ESTADO ENDURECIDO

Os valores da densidade de massa aparente no estado endurecido para as composições selecionadas são exibidos na Tabela 10.

Tabela 10. Densidade de massa aparente no estado endurecido das composições selecionadas.

Composição	Densidade de massa aparente no estado endurecido (kg/m³)
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	1799,08
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	2022,41

Já a classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da densidade de massa no estado endurecido, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005), é mostrada na Tabela 11.

Segundo a classificação apresentada, a composição K1:0,35:1:0,34 pertence à classe M5. Já a composição N1:0,25:1:0,36 pertence à classe M6. As duas composições se enquadram nas duas classes mais altas da classificação.

Tabela 11. Classificação das argamassas em função da densidade de massa aparente no estado endurecido, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Densidade de massa aparente no estado endurecido (kg/m³)	Método de ensaio
M1	≤ 1200	NBR 13280 (ABNT, 2005)
M2	1000 a 1400	
M3	1200 a 1600	
M4	1400 a 1800	
M5	1600 a 2000	
M6	> 1800	

4.3.3 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

As resistências médias à tração na flexão para as composições selecionadas são mostradas na Tabela 12.

Tabela 12. Resistência média à tração na flexão das composições selecionadas.

Composição	Resistência média à tração na flexão aos 28 dias (MPa)
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	1,03
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	4,64

Já a classificação em função da resistência à tração na flexão é mostrada na Tabela 13.

Tabela 13. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da resistência à tração na flexão aos 28 dias, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Resistência à tração na flexão (MPa)	Método de ensaio
R1	≤ 1,5	NBR 13279 (ABNT, 2005)
R2	1,0 a 2,0	
R3	1,5 a 2,7	
R4	2,0 a 3,5	
R5	2,7 a 4,5	
R6	> 3,5	

De acordo com a classificação, a composição K1:0,35:1:0,34 pertence à classe R1, enquanto a composição N1:0,25:1:0,36 pertence à classe R6.

A composição ativada por KOH, apesar de figurar na quarta classe em relação à resistência à compressão, se encontra na classe mais baixa para a resistência à tração na flexão. Já a composição ativada por NaOH permanece nas classes mais altas em ambas as categorias.

De acordo com Murta (2008), argamassa ativada com cal virgem apresentou uma relação de 11,2% entre resistência à compressão e resistência à tração, sendo o valor de 10% relativamente comum para argamassas de cimento Portland. Assim, as composições ativadas por KOH e NaOH apresentaram respectivamente 22,10% e 31,73%, valores elevados considerando tanto a ativação alcalina por cal virgem quanto para argamassas de cimento Portland convencional.

4.3.4 COEFICIENTE DE CAPILARIDADE

Os coeficientes de capilaridade das composições selecionadas são mostrados na Tabela 14.

Tabela 14. Coeficiente de capilaridade das composições selecionadas.

Composição	Coeficiente de capilaridade (g/dm ² .min ^{1/2})
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	3,87
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	0,37

A classificação das argamassas em função do coeficiente de capilaridade é mostrada na Tabela 15.

Tabela 15. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função do coeficiente de capilaridade, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Coeficiente de capilaridade (g/dm².min^{1/2})	Método de ensaio
C1	≤ 1,5	NBR 15259 (ABNT, 2005)
C2	1,0 a 2,5	
C3	2,0 a 4,0	
C4	3,0 a 7,0	
C5	5,0 a 12,0	
C6	> 10,0	

Segundo esta classificação, a composição K1:0,35:1:0,34 pertence à classe C4. Já a composição N1:0,25:1:0,36 pertence à classe C1. Mais uma vez, a argamassa ativada por KOH se encontra em posição mediana na classificação, enquanto a ativada por NaOH permanece na classe superior das argamassas com menor coeficiente de capilaridade.

4.3.5 DENSIDADE DE MASSA APARENTE NO ESTADO FRESCO

Os valores da densidade de massa aparente no estado fresco das composições selecionadas são mostrados na Tabela 16.

Tabela 16. Densidade de massa aparente no estado fresco das composições selecionadas.

Composição	Densidade de massa aparente no estado fresco (kg/m³)
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	1986,33
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	2037,98

A classificação das argamassas em função da densidade de massa aparente no estado fresco segundo a NBR 13281 (ABNT, 2005) é mostrada na Tabela 17.

Tabela 17. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da densidade de massa aparente no estado fresco, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Densidade de massa no estado fresco (kg/m³)	Método de ensaio
D1	≤ 1400	NBR 13278 (ABNT, 2005)
D2	1200 a 1600	
D3	1400 a 1800	
D4	1600 a 2000	
D5	1800 a 2200	
D6	> 2000	

De acordo com esta classificação, a composição K1:0,35:1:0,34 pertence à classe D5, enquanto a composição N1:0,25:1:0,36 pertence à classe D6.

A argamassa alcalinamente ativada por cal virgem estudada por Murta (2008), com relações CaO/SiO₂ de 0,75, líquidos/sólidos de 0,70 e areia/metacaulim de 1:6 apresentou densidade de massa no estado fresco igual a 1910 kg/m³.

4.3.6 RETENÇÃO DE ÁGUA

De acordo com Carasek (1995), a retenção de água pode ser definida como a capacidade que a argamassa, ainda no estado fresco, tem de manter sua consistência e trabalhabilidade quando sujeito a solicitações que provocam a perda de água, como a absorção do substrato, sucção ou evaporação.

Uma baixa retenção de água pode favorecer a perda de água para substratos muito absorventes e ocasionar prejuízo à continuidade da hidratação e, por consequência, do ganho de resistência da argamassa.

No entanto, ainda segundo Carasek (1995), um dos mecanismos responsáveis pela aderência entre argamassa e substrato se dá pela impregnação do substrato pela pasta, a qual ao se hidratar cria uma ponte de aderência entre os mesmos.

Quanto aos geopolímeros, apesar da água não participar efetivamente da reação de geopolimerização, é possível inferir que da mesma forma a perda excessiva de água poderia dificultar o prosseguimento da reação, já que a água é o

meio que promove o contato entre os reagentes. Além disso, a criação de uma ponte de aderência pela impregnação do substrato parece um mecanismo plausível para geopolímeros. Contudo, estudos mais específicos são necessários para compreender plenamente os mecanismos de aderência entre argamassas geopoliméricas e substratos.

De forma geral, para substratos muito pouco absorventes, uma retenção de água intermediária é recomendada para que a aderência não seja prejudicada. Já para os substratos muito absorventes, como são os normalmente utilizados no dia a dia da construção civil brasileira, uma elevada retenção de água é recomendada, por estar ligada a um desempenho superior do sistema construtivo.

Os valores de retenção de água para as composições selecionadas podem ser observados na Tabela 18.

A classificação das argamassas, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005), em função da retenção de água é mostrada na Tabela 19.

As composições pertencem à classe U6, apresentando valor bastante elevado para a retenção de água. O fato de se tratar de duas composições bastante secas pode ter contribuído para a obtenção dessa classificação.

A argamassa alcalinamente ativada por cal virgem estudada por Murta (2008), com relações CaO/SiO₂ de 0,75, líquidos/sólidos de 0,70 e areia/metacaulim de 1:6, enquadra-se na classe U6 com 95,33 % de retenção de água.

Embora os resultados semelhantes pareçam sugerir que uma elevada retenção de água seja uma característica das argamassas alcalinamente ativadas, essa categoria de materiais é ampla e engloba materiais bastante diversos. No caso dos geopolímeros e da ativação por cal virgem, o elevado teor de CaO presente na cal virgem leva a uma diferenciação importante dos produtos da reação de ativação. Tal fato torna difícil fazer afirmações mais profundas a respeito do assunto.

Tabela 18. Retenção de água das composições selecionadas.

Composição	Retenção de água (%)
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	99,78
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	99,72

Tabela 19. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da retenção de água, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Retenção de água (%)	Método de ensaio
U1	≤ 78	NBR 13277 (ABNT, 2005)
U2	72 a 85	
U3	80 a 90	
U4	86 a 94	
U5	91 a 97	
U6	95 a 100	

4.3.7 RESISTÊNCIA POTENCIAL DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

Dentre todos os requisitos da NBR 13281 (ABNT, 2005), este é o mais diretamente relacionado com a aplicação de argamassas para revestimento, sendo uma medida direta da capacidade de uma argamassa permanecer aderida a um substrato sob a ação de um esforço de tração.

Os valores de resistência potencial de aderência à tração para as composições selecionadas são mostradas na Tabela 20.

Tabela 20. Resistência potencial de aderência à tração para as composições selecionadas.

Composição	Resistência potencial de aderência à tração (MPa)
K1 : 0,35 : 1 : 0,34	0,27
N1 : 0,25 : 1 : 0,36	0,63

A classificação das argamassas em função da resistência potencial de aderência à tração de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005) é mostrada na Tabela 21.

Tabela 21. Classificação das argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos em função da resistência potencial de aderência à tração, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Classe	Resistência potencial de aderência à tração (MPa)	Método de ensaio
A1	≤ 0,20	NBR 15258 (ABNT, 2005)
A2	≥ 0,20	
A3	≥ 0,30	

Segundo esta classificação, a composição K1:0,35:1:0,34 pertence à classe A2. A composição N1:0,25:1:0,36, por sua vez, pertence à classe A3.

Essa diferença mostra a superioridade da composição ativada por NaOH. Mesmo que o resultado da composição ativada por KOH não tenha sido baixo.

A Tabela 22 mostra o resumo dos resultados obtidos e a classificação das duas composições selecionadas.

Tabela 22. Classificação das composições selecionadas, de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Requisito/Argamassa	K1:0,35:1:0,34	N1:0,25:1:0,36
Resistência à compressão (MPa)	P4 (4,66)	P6 (14,62)
Densidade de massa aparente no estado endurecido (kg/m ³)	M5 (1799,08)	M6 (2022,41)
Resistência à tração na flexão (MPa)	R1 (1,03)	R6 (4,64)
Coefficiente de capilaridade (g/dm ² .min ^{1/2})	C4 (3,87)	C1 (0,37)
Densidade de massa aparente no estado fresco (kg/m ³)	D5 (1986,33)	D6 (2037,98)
Retenção de água (%)	U6 (99,78)	U6 (99,72)
Resistência potencial de aderência à tração (MPa)	A2 (0,27)	A3 (0,63)

Sendo a NBR 13281 (ABNT, 2005) classificatória e não eliminatória, as duas composições poderiam ser utilizadas, a despeito da combinação dos resultados em cada requisito.

Contudo, as composições apresentam classificação bastante satisfatória. A composição ativada por KOH situa-se medianamente, enquanto a composição ativada por NaOH ocupa as classes limites relacionadas ao bom desempenho das argamassas, oferecendo um conjunto de propriedades, além de satisfatório, coerente.

Para localizar as composições selecionadas dentro do mercado de argamassas e suas possíveis aplicações, a Tabela 23 apresenta a comparação das duas argamassas deste trabalho com um grupo de argamassas industrializadas produzidas pela empresa Votorantim Cimentos para diferentes aplicações. Os dados são fornecidos pelo catálogo técnico do próprio fabricante.

Tabela 23. Quadro comparativo da classificação das argamassas geopoliméricas e das argamassas industrializadas da linha Votomassa.

Requisito/Argamassa	Votomassa Assentamento de vedação e encunhamento	Votomassa Múltiplo uso	Votomassa Assentamento estrutural 5 MPa	Votomassa Assentamento estrutural 7 MPa	K1:0,35:1:0,34	N1:0,25:1:0,36
Resistência à compressão (MPa)	P3 (2,5 a 4,5)	P4 (4,0 a 6,5)	P4 (5,0 a 6,0)	P6 (10,0 a 12,0)	P4 (4,66)	P6 (14,62)
Densidade de massa aparente no estado endurecido (kg/m ³)	M4 (1400 a 1800)	M4 (1400 a 1800)	M5 (1650 a 1950)	M5 (1650 a 1950)	M5 (1799,08)	M6 (2022,41)
Resistência à tração na flexão (MPa)	R2 (1,0 a 2,0)	R3 (1,5 a 2,7)	R3 (1,7 a 2,5)	R5 (2,9 a 4,3)	R1 (1,03)	R6 (4,64)
Coefficiente de capilaridade (g/dm ² .min ^{1/2})	C5 (5,0 a 12,0)	C5 (5,0 a 12,0)	C5 (6,0 a 11,0)	C4 (4,0 a 6,0)	C4 (3,87)	C1 (0,37)
Densidade de massa aparente no estado fresco (kg/m ³)	D4 (1600 a 2000)	D4 (1600 a 2000)	D5 (1880 a 2100)	D5 (1880 a 2100)	D5 (1986,33)	D6 (2037,98)
Retenção de água (%)	U3 (80 a 90)	U3 (80 a 90)	U2 (82 a 88)	U2 (73 a 84)	U6 (99,78)	U6 (99,72)
Resistência potencial de aderência à tração (MPa)	-	A3 ≥ 0,30	-	-	A2 (0,27)	A3 (0,63)

Tendo a comparação como critério, a composição ativada por KOH possui, de maneira geral, classificação razoavelmente equivalente às aplicações de

assentamento de paredes de vedação e encunhamento de paredes, bem como de múltiplo uso.

A composição ativada por NaOH, entretanto, possui classificação superior a todas essas aplicações, podendo ser comparada com as argamassas para assentamento estrutural. Ainda, com resistência mecânica superior até mesmo às argamassas para assentamento estrutural, seria possível prescindir de parcela dessa resistência para compatibilizar a trabalhabilidade à aplicação, por meio da modificação da composição, tendo por base os resultados do estudo das composições do presente trabalho.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 CONCLUSÕES

Por meio do estudo das composições foi possível compreender o comportamento das argamassas ativadas por NaOH ou KOH referente aos principais parâmetros envolvidos na reação de geopolimerização: relação ativador/precursor; relação água/sólidos e concentração molar (molaridade) da solução ativadora.

Foi possível perceber que a diminuição da relação ativador/precursor, para ambos os ativadores, favorece o aumento da resistência à compressão, até o limite no qual não há ativador suficiente para balancear eletricamente cada AlO_4^- e para fornecer pH adequado à dissolução de aluminatos e silicatos oriundos do precursor.

Tanto para KOH quanto para NaOH, valores da relação ativador/precursor acima de 0,5 praticamente inviabilizam a confecção de argamassas. Entretanto, o aumento dessa relação favorece a trabalhabilidade da mistura.

Da mesma forma, os resultados permitem afirmar que a diminuição da relação água/sólidos, para os dois tipos de ativador, resulta em maiores resistências à compressão, ainda que a expensas da trabalhabilidade. A resistência mecânica em função desse parâmetro aumenta até o limite no qual a ausência de água não permite a mistura e a moldagem de forma eficaz.

Tanto para a relação ativador/precursor quanto para relação água/sólidos, os valores referentes às maiores resistências situam-se bem próximos aos limites acima, mesmo que esses valores difiram para cada ativador.

Quanto à molaridade da solução ativadora, os resultados mostram que as maiores resistências à compressão foram atingidas para valores razoavelmente elevados. No entanto, esse parâmetro está envolvido em um equilíbrio complexo entre o elevado pH, necessário para a dissolução eficaz dos aluminossilicatos, e o efeito deletério do excesso de ativador (exsudação e eflorescência).

Dessa forma, para aliar elevadas molaridades com baixa relação ativador/precursor é necessário diminuir, simultaneamente, as relações ativador/precursor e água/sólidos. Isso equivale a manter elevada a concentração e diminuir o volume da solução ativadora.

Apesar do ponto de melhor equilíbrio ser diferente para cada tipo de ativador, o comportamento apresentado pelos dois hidróxidos foi semelhante.

Ademais, a comparação baseada na natureza dos ativadores permitiu observar que a ativação por NaOH, quando realizada dentro de intervalos favoráveis dos parâmetros composicionais, resulta em resistências à compressão muito superiores à ativação por KOH. Contudo, as diferenças na natureza dos ativadores e nas respectivas propriedades atômicas dos metais que os compõem resultaram em características que favorecem a ativação por KOH. Essas apresentaram trabalhabilidade superior e ausência de exsudação e eflorescência, que foram presentes nas composições ativadas por NaOH e relacionadas com as relações ativador/precursor e água/sólidos.

O estudo das composições resultou na escolha da composição com maior resistência à compressão para cada ativador (K1:0,35:1:0,34 = 18,65 MPa e N1:0,25:1:0,36 = 4,44 MPa) e sua classificação segundo os requisitos prescritos na NBR 13281 (ABNT, 2005) (NaOH: P6, M6, R6, C1, D6, U6, A3; KOH: P4, M5, R1, C4, D5, U6, A2).

A análise dos requisitos mostrou que a argamassa ativada por KOH apresentou um conjunto menos coerente de resultados, com alguns itens nos limites impostos pela norma, ou próximo deles, enquanto a maior parte dos requisitos se manteve em posições medianas. Aparentemente, o ponto crítico para essa composição foi a baixa resistência à tração na flexão, requisito no qual obteve a classificação mais baixa.

Já a argamassa ativada por NaOH apresentou comportamento bastante coerente. Em todos os requisitos, permaneceu nas classes limite impostas por norma e relacionadas com maior desempenho. Os pontos críticos para essa composição foram:

- baixa trabalhabilidade da mistura, aquém daquela desejada para a aplicação na maior parte das aplicações;
- ocorrência de eflorescência. Apesar da grande redução apresentada na eflorescência para esta composição, a questão não foi completamente solucionada. Seus efeitos, em idades mais avançadas, sobre a durabilidade do material ainda precisam ser avaliados.

A comparação das composições selecionadas com as classificações de uma linha de argamassas industrializadas permitiu situar as argamassas estudadas no mercado nacional. A argamassa ativada por KOH apresenta condições de desempenho compatíveis com as argamassas industrializadas de múltiplo uso. Já a

argamassa ativada por NaOH apresentou desempenho superior, compatível até mesmo com argamassas destinadas ao assentamento de alvenaria estrutural.

Levando-se em consideração os pontos positivos e negativos de cada ativador, a possibilidade de combiná-los para aliar a alta resistência mecânica, proporcionada pela ativação por NaOH, com a trabalhabilidade e ausência de exsudação e eflorescência, proporcionadas pela ativação por KOH, apresenta-se como a próxima etapa para o desenvolvimento de argamassas geopoliméricas ativadas sem o uso de silicatos alcalinos.

Dessa forma, pode-se concluir que os resultados obtidos atestam a viabilidade tecnológica das argamassas ativadas por NaOH e KOH.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- estudar a viabilidade tecnológica de argamassas geopoliméricas ativadas pela combinação entre NaOH e KOH;
- estudar o efeito de diferentes processos de cura em argamassas geopoliméricas ativadas por hidróxidos alcalinos;
- estudar o efeito da requeima do metacaulim sobre a razão Si/Al reativa e demais propriedades das argamassas geopoliméricas;
- estudar as propriedades relacionadas à estabilidade dimensional de argamassas geopoliméricas ativadas por hidróxidos alcalinos;
- estudar a utilização de água proveniente da rede de abastecimento público na confecção de argamassas geopoliméricas ativadas por hidróxidos alcalinos e os possíveis efeitos da formação de NaCl, KCl, NaF e KF, entre ou outros sais, nas propriedades das argamassas álcali-ativadas por hidróxidos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CARASEK, H. (1996). Aderência de Argamassas a Base de Cimento Portland a Substratos Porosos – Avaliação dos Fatores Intervenientes e Contribuição ao Estudo do Mecanismo de Ligação. 285 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

DAVIDOVITS, J., COMRIE, D., PATERSON, J. AND RITCEY, D. (1990) Geopolymeric Concretes For Environmental Protection. ACI. Concrete International 12, pp 30–40.

DAVIDOVITS, J. (1999). Geopolimetric Reactions in the Economic Future of Cements and Concretes: World-wide Mitigation of Carbon Dioxide Emission. Geopolymer Proceedings, Geopolymer Institute, Saint-Quentin, França.

DAVIDOVITS, J. (2002). 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer Conference, Melbourne, Australia.

DE WEERDT, K. (2011). *Geopolymers – State of the art*. COin Project report N° 37.

DIAS, D. P. (2001). Cimentos Geopoliméricos: Estudo de Agentes Químicos Agressivos, Aderência e Tenacidade à Fratura. Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.

DUXSON, P; PROVIS, J; GRANT, L; MALLICOAT, S; KRIVEN, W; VAN DEVENTER, J.S.J. (2005). Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. Colloids. Surf. N° 269, pp. 47–58.

DUXON, P.; FERNANDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A; VAN DEVENTER, J. S. J. (2007). *Geopolymer technology: the current state of the art*. Journal of Materials Science, vol. 42, pp. 2917-2933.

FAHANA, F.; KAMARUDIN, H.; RAHMAT, A.; ABDULLAH, M. M. A. B. (2015). The Relationship between Water Absorption and Porosity for Geopolymer Paste. *Material Science Forum*, Vol. 803, pp. 166 – 172, Switzerland.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A; PALOMO, A; CRIADO, M. (2006a). Alkali activated Fly Ash Binders. A comparative study between sodium and potassium activators. *Materiales de Construcción*, Vol. 56, N° 281, pp. 51-65.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A; Palomo, A; Sobrados, I; Sanz, J. (2006b). The role played by reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes. *Microp. Mesopor. Mater*, N° 91, pp. 111–119.

GARCIA-LODEIRO, I. (2015). Crucial insights on the mix design of alkali-activated cement-based binders. *In: PACHECO-TORGAL, F; LABRINCHA, J; LEONELLI, C; PALOMO, A; CHINDAPRASIT, C (eds.), Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes*. 1. ed. Woodhead Publishing, pp. 49-73.

GAO, K.; LIN, K. L.; WANG, D.; SHIU, H. S.; HWANG, C. L.; CHENG, T. W. (2013). Effects of Nano-SiO₂ on Setting Time and Compressive Strength of Alkali-activated Metakaolin-based Geopolymer. *The Open Civil Engineering Journal*, Vol. 7, pp. 84 – 92.

HARDJITO, D.; CHEAK, C. C.; LEE- LING, C. H. (2008). Strength and Setting Times of Low Calcium Fly Ash-based Geopolymer Mortar. *CCSE Modern Applied Science*, Vol. 2, N° 4.

HOLT, E. E. (2001). Early Age Autogenous Shrinkage of Concrete. Technical Research Institute of Finland.

KUENZEL, C.; VANDEPERRE, L.; DONATELLO, S.; BOCCACCINI, A. R.; CHEESEMAN, C. R. (2012). Ambient Temperature Drying Shrinkage and Cracking in Metakaolin-Based Geopolymers. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 95, pp 3270 – 3277.

LEE, N. K.; KIM, E. M; LEE H. K. (2016). Mechanical properties and setting characteristics of geopolymer mortar using styrene-butadiene (SB) latex. *Construction and Building Materials*, Vol. 113, pp. 264 – 272.

LUHAR, S.; KHANDELWAL, U. (2015). A Study on Water Absorption and Sorptivity of Geopolymer Concrete. *SSRG International Journal of Civil Engineering*, Vol. 2, Issue 8.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. (1994). *Concreto, estrutura, propriedades e materiais*. São Paulo, 1ª ed., PINI.

MURTA, F. L. (2008). *Produção de argamassas a partir da ativação alcalina de metacaulim e de resíduo de tijolo moído por cales virgem e hidratada*. 105 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Laboratório de Engenharia Civil, UENF, Campos dos Goytacazes, RJ.

NEVILLE, A. (1997). *Propriedades do concreto*. São Paulo, 2ª ed., PINI.

OLIVIA, M.; NIKRAZ, H. R. (2011). Strength and Water Penetrability of Fly Ash Geopolymer Concrete. *ARNP Journal of Engineering and Applied Sciences*, Vol. 6, Nº 7.

PACHECO-TORGAL, F. (2014). Introduction to Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes. *In: PACHECO-TORGAL, F; LABRINCHA, J; LEONELLI, C; PALOMO, A; CHINDAPRASIT, C (eds.), Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes*. 1. ed. Woodhead Publishing, p. 1-16.

PALOMO, A; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A; CRIADO, M. (2004). “Geopolymers”: same basic chemistry, different microstructures. *Materiales de Construcción*, Vol. 25, Nº 275, pp. 77-92.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. (2009). *Geopolymers - Structure, processing, properties and industrial applications*, Woodhead Publishing Limited.

RAHIM, R. H. A; AZIZLI, K. A; MAN, Z; RAHMIATI, T; NURUDDIN, M. F. (2014). Effect of sodium hydroxide concentration on the mechanical property of non-sodium silicate fly ash based geopolymer. *Journal of Applied Sciences*, Vol. 14, N° 23, pp. 3381-3384.

RAHIM, R. H. A; AZIZLI, K. A; MAN, Z; RAHMIATI, T; LUKMAN, I. (2014b). Effect of solid to liquid ratio on the mechanical and physical properties of fly ash geopolymer without sodium silicate. *Applied Mechanics and Materials*, Vol. 625, pp. 46-49.

RAHIM, R. H. A; RAHMIATI, T; AZIZLI, K. A; MAN, Z; NURUDDIN, M. F; LUKMAN, I. (2015). Comparison of using NaOH and KOH activated fly ash-based geopolymer on the mechanical properties. *Materials Science Forum*, Vol. 803, pp. 179-184, Trans Tech Publications, Switzerland.

RAVIKUMAR, D; PEETHAMPARAN, S; NEITHALATH, N. (2010). Structure and strength of NaOH activated concretes containing fly ash or GGBFS as the sole binder. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 32, pp. 399-410.

SEVERO, C. G. S; COSTA, D. L; BEZERRA, I. M. T; MENEZES, R. R; NEVES, G. A. (2013). Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, Vol. 8.2, pp. 55-67.

SOMNA, K; JATURAPITAKKUL, C; KAJITVICHYANUKUL, P; CHINDAPRASIRT, P. (2011). NaOH-activated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature. *Fuel*, N° 90, pp. 2118-2124.

THOCKCHOM, S.; GOSH, P.; GOSH, S. (2009). Effect of Water Absorption, Porosity, and Sorptivity on Durability of Geopolymers Mortars. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, Vol. 4, N° 7, pp. 28 – 32.

VALCKE, S. L. A.; POLDER, R. B.; HENEGOUWEN, H. J. F. (2012). Understanding Transport Properties of Geopolymer Mortar Using Polarization and Fluorescence Microscopy. *International Congresso on Durability of Concrete*.

REFERÊNCIAS DE NORMAS TÉCNICAS

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Requisitos: NBR 13281. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão: NBR 13279. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido: NBR 13280. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade: NBR 15259. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado: NBR 13278. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da retenção de água: NBR 13277. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência potencial de aderência à tração: NBR 15258. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da variação dimensional (retração ou expansão): NBR 15261. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2003) Agregados – Determinação da composição granulométrica: NBR NM 248. Rio de Janeiro.

ANEXO 1



CASA WOLFF

LAUDO DE ANÁLISE

PRODUTO: POTASSA CÁUSTICA (HIDRÓXIDO DE POTÁSSIO)

TIPO: ESCAMAS
LOTE: 30062015
FABRICAÇÃO: 25/05/2015
VALIDADE: 25/05/2018

DETERMINAÇÃO	ESPECIFICAÇÃO		MÉTODO	RESULTADO DA ANÁLISE	
ASPECTO	MÍNIMO	MÁXIMO		CORRESP.	CORRESP.
COR	Branco		1/IT-304-133	CORRESP.	CORRESP.
HIDROXIDO DE POTÁSSIO (KOH) %	86,0	88,0	1/IT-304-101	87,1	88
CARBONATO DE POTÁSSIO (K ₂ CO ₃) %	-	0,5	1/IT-304-101	0,3	0,3
CLORETO (CL), ppm	-	200	1/IT-304-102	<200	<200
SÓDIO (Na), %	-	0,5	1/IT-304-103	<0,5	<0,5
FERRO TOTAL (Fe+3), ppm	-	5,0	1/IT-304-104	<5	<5
NÍQUEL (Ni +3), ppm	-	10,0	1/IT-304-105	<10	<10
LOTE Nº				30062015	30062015
DATA DE FABRICAÇÃO				25/05/2015	25/05/2018
VALIDADE				36 MESES	

As informações aqui fornecidas são reproduzidas automaticamente conforme laudo do fornecedor. Todavia, não assumimos nenhuma responsabilidade por sua utilização por parte dos usuários do produto. A garantia da qualidade é dada de acordo com nossas condições de venda e de armazenagem.

ESTRADA DO TIMBÓ, 208 – BONSUCESSO – CEP 21061-280 – RIO DE JANEIRO – RJ
Tels. (21) 2560-4496 – 2260-9911 – 2260-3997 – 2260-9142 – FAX 2260-7183
CNPJ 33.402.553/0001-20
Inscr. Est. 81.790.086



Distribuidora de produtos químicos
Rua Conde de Agrolongo, 109
Penha - Rio de Janeiro - RJ
CEP: 21020-190
Telefone: (0xx21) 2560-677

LAUDO DE ANÁLISE

PRODUTO: SODA CAÚSTICA ESCAMAS

LOTE: 19454/17
FABRICAÇÃO: 01/06/2016
VALIDADE: 01/06/2018
PROCEDÊNCIA: PERUANA

DESCRIÇÃO	ESPECIFICAÇÕES		RESULTADO	UNIDADE
	MINIMO	MAXIMO		
Clorureto de Sódio		0,0800	0,015	%
Pureza como NaOH	98,0000		98,1150	%
Aspecto do produto			Escamas	
Cor do Produto			Branco	

RESULTADO OK

LAUDO TRANSCRITO DO ORIGINAL DO FABRICANTE, EMITIDO ELETRONICAMENTE.
DISPENSA ASSINATURA.



Distribuidora de produtos químicos
Rua Cande de Agrolongo, 100
Penha - Rio de Janeiro - RJ
CEP: 21020 - 13
Telefone: (0xx21) 2550 - 677

LAUDO DE ANÁLISE

PRODUTO: POTASSA CAUSTICA

LOTE: 18319/16A
FABRICAÇÃO: 10/2014
VALIDADE: 10/2017
PROCEDENCIA: CHINA

ESTADO FISICO: SÓLIDO
ASPECTO: ESCAMAS BRANCAS
PESO MOLECULAR: 56,1
DENSIDADE: 1,0 g/cm³

PROPRIEDADE	FÓRMULA QUÍMICA	VALOR
HIDROXÍDO DE POTÁSSIO	KOH	90% MIN
CARBONATO DE POTÁSSIO	K ₂ CO ₃	0,5% MAX
CLOR. DE POTÁSSIO	KCl	0,015% MAX
FERRO	Fe	3 PPM MAX
HIDRÓXIDO DE SÓDIO	NaOH	1% MAX
NÍQUEL	Ni	5 PPM MAX

LAUDO TRANSCRITO DO ORIGINAL DO FABRICANTE, EMITIDO ELETRONICAMENTE.
DISPENSA ASSINATURA.