



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO ACADÊMICO DO AGRESTE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL

THAÍS ALESSANDRA DE MENEZES BARBOSA

**ESTUDO DAS CONDIÇÕES REACIONAIS NA PRODUÇÃO DE
GEOPOLÍMERO DE METABENTONITA**

Caruaru

2023

THAÍS ALESSANDRA DE MENEZES BARBOSA

**ESTUDO DAS CONDIÇÕES REACIONAIS NA PRODUÇÃO DE
GEOPOLÍMERO DE METABENTONITA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Engenharia Civil e Ambiental.

Área de concentração: Estruturas e Materiais.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Érika Pinto Marinho.

Caruaru

2023

Catálogo na fonte:
Bibliotecária – Paula Silva - CRB/4 - 1223

B238e Barbosa, Thaís Alessandra de Menezes.
Estudo das condições reacionais na produção de geopolímero de metabentonita. / Thaís Alessandra de Menezes Barbosa – 2023.
83 f.; il.: 30 cm.

Orientadora: Érika Pinto Marinho.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco, CAA, Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, 2023.
Inclui Referências.

1. Geopolímero. 2. Argila- Análise. 3. Bentonita. 4. Síntese. 5. Engenharia de materiais. I. Marinho, Érika Pinto (Orientadora). II. Título.

CDD 620 (23. ed.) UFPE (CAA 2023-072)

THAÍS ALESSANDRA DE MENEZES BARBOSA

**ESTUDO DAS CONDIÇÕES REACIONAIS NA PRODUÇÃO DE
GEOPOLÍMERO DE METABENTONITA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Engenharia Civil e Ambiental.

Área de concentração: Estruturas e Materiais.

Aprovada em: 30/08/2023.

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. Dr^a Érika Pinto Marinho (Orientadora)

Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

Prof^a. Dr^a. Ana Cecília Vieira da Nóbrega (Examinadora Externa)

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN

Prof. Dr. Elder Alpes de Vasconcelos (Examinador Externo)

Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

À Deus toda honra e louvor.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gratidão à Deus por dar força e sustento nessa caminhada acadêmica. Aos familiares a quem abdiquei da presença para estar estudando e trabalhando para esta pesquisa acontecer, obrigada por todo apoio e compreensão, sem vocês não chegaria até aqui.

À Professora Dr.^a Érika Pinto Marinho, minha orientadora, por todo o ensinamento, pelas críticas construtivas, orientação, competência, disponibilidade e dedicação. Obrigada por transmitir toda a segurança e apoio que foram fundamentais para a elaboração e conclusão deste trabalho.

Ao Professor Moura pela doação da Bentonita utilizada na pesquisa.

À Professora Dr.^a Ana Cecília Vieira da Nóbrega e ao Professor Dr. Elder Vasconcelos pela troca de ideias, sugestões e orientações desde a qualificação.

Aos amigos de mestrado, pelo apoio e suporte necessário nos momentos fundamentais e com quem compartilhei dúvidas e conhecimentos, em especial Jofre, cuja ajuda foi essencial para conclusão do trabalho.

À equipe dos laboratórios de Química e Construção Civil da UFPE-CAA, Amanda, Claudete, Wagner, Agilson, Henrique, Everton e Rafael pelo apoio durante a realização dos ensaios, sempre presentes e dispostos a ajudar. Assim como Thiago do laboratório de Edificações do IFPE Caruaru, que também prestou assistência na realização dos ensaios.

Aos amigos do Haja Crea, que me acompanham e estão presentes desde a graduação, dando força e suporte.

À Capes pelo suporte financeiro para que houvesse dedicação total à pesquisa.

Agradeço sinceramente a todos que de alguma forma me ajudaram no decorrer deste trabalho e contribuíram para seu sucesso.

Muito obrigada!

RESUMO

Os geopolímeros são materiais não metálicos inorgânicos previamente previstos para aplicações de resistência a incêndio, no entanto, desde o início da década de 1980 esses materiais têm sido estudados para diversas outras aplicações, como estabilização de solo, imobilização de metais pesados em corpos hídricos, e para produção de argamassas geopoliméricas. Grande parte da literatura está voltada para a produção de geopolímeros usando cinza volante, escória e metacaulim. No entanto, é importante a busca por novos materiais para produção de geopolímeros para estimular a produção de geopolímeros em regiões que tenham abundância de outros materiais ricos em aluminossilicatos. Diante do exposto, este projeto propôs investigar a viabilidade do uso da metabentonita como precursor geopolimérico, pois pode contribuir para produzir geopolímeros satisfatoriamente. A metabentonita foi produzida a partir do tratamento térmico de bentonita sódica comercial e caracterizada por DRX, FTIR, tamanho de partículas por difração a laser e MEV. Foram produzidos geopolímeros com razões molares $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5; 5,0$ e $5,5$; concentrações molares do hidróxido de $8 \text{ mol/L}, 10 \text{ mol/L}$ e 12 mol/L ; em temperaturas de cura de 60°C e 80°C e variando o tempo de cura aquecida em $24\text{h}, 48\text{h}$ e 72h ; foram testadas também síntese em 1 e 2 partes. Foram realizados ensaios de resistência à compressão, DRX, FTIR e MEV nos geopolímeros com as maiores resistências à compressão obtidas. Os resultados mostraram que as condições que geraram um geopolímero puramente de metabentonita com maior resistência à compressão, de $6,05 \text{ MPa}$, foram utilizando a bentonita tratada a 850°C , razão molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5$, síntese em 1 parte e cura aquecida a 80°C por 72 horas.

Palavras-chave: geopolímero; metabentonita; síntese; comportamento mecânico.

ABSTRACT

Geopolymers are inorganic non-metallic materials previously predicted for fire resistance applications, however, since the early 1980s these materials have been studied for several other applications, such as soil stabilization, immobilization of heavy metals in water bodies, and for the production of geopolymeric mortars. Much of the literature is focused on the production of geopolymers using fly ash, slag and metakaolin. However, it is important to search for new materials for the production of geopolymers to stimulate the production of geopolymers in regions that have an abundance of other materials rich in aluminosilicates. In view of the above, this project proposed to investigate the feasibility of using metabentonite as a geopolymeric precursor, as it can contribute to producing geopolymers satisfactorily. Metabentonite was produced from the heat treatment of commercial sodium bentonite and characterized by XRD, FTIR, laser diffraction particle size and SEM. Geopolymers were produced with molar ratios $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4.5; 5.0$ and 5.5 ; molar hydroxide concentrations of 8 mol/L , 10 mol/L and 12 mol/L ; at curing temperatures of 60°C and 80°C and varying the heated curing time at 24h , 48h and 72h ; synthesis in 1 and 2 parts were also tested. Compressive strength, XRD, FTIR and SEM tests were carried out on the geopolymers with the highest compressive strengths obtained. The results showed that the conditions that generated a purely metabentonite geopolymer with greater compressive strength, of 6.05 MPa , were using bentonite treated at 850°C , molar ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4.5$, synthesis in 1 part and curing heated at 80°C for 72 hours.

Keywords: geopolymer; metabentonite; synthesis; mechanical behavior.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Representação dos polissialatos	20
Figura 2 -	Esquema de síntese de geopolímeros de 1 parte, onde se misturam os pós com a água	23
Figura 3 -	Esquema de síntese de geopolímeros de 2 partes, onde se mistura a solução ativadora com o precursor e a água	23
Figura 4 -	Geopolímero de escória e metacaulim	25
Figura 5 -	Estrutura cristalina da bentonita	29
Figura 6 -	Hidratação da bentonita cálcica à esquerda, e da bentonita sódica à direita	30

LISTA DE FLUXOGRAMAS

Fluxograma 1 - Etapas do presente estudo	36
Fluxograma 2 - Caracterização dos materiais	37
Fluxograma 3 - Ensaios realizados nos geopolímeros	55

LISTA DE FOTOGRAFIAS

Fotografia 1 -	Microfotografia em microscópio eletrônico de um microcristal de Bentonita. As "folhas" são as camadas do filosilicato, de aprox. 1 nanômetro de espessura individual	28
Fotografia 2 -	Ensaio Chapelle Modificado para verificação de reatividade das bentonitas in natura, metabentonita 750 e metabentonita 850	42
Fotografia 3 -	Da esquerda para a direita: Bentonita in natura, metabentonita 750 e metabentonita 850	45
Fotografia 4 -	Geopolímero preparado com bentonita sem tratamento térmico	46
Fotografia 5 -	Geopolímeros de bentonita preparados (a) com cura a 60°C; (b) com cura em temperatura ambiente	47
Fotografia 6 -	Geopolímero preparado com bentonita tratada termicamente	48
Fotografia 7 -	Geopolímeros de metabentonita 750 preparados (a) com cura a 60 °C; (b) com cura em temperatura ambiente	48
Fotografia 8 -	Misturador elétrico utilizado na pesquisa	50
Fotografia 9 -	Corpos de prova vedados e prontos para a cura aquecida em estufa	50
Fotografia 10 -	Prensa manual Solotest UFPE-CAA	54
Fotografia 11 -	Microscopias da Bentonita in natura (a), Metabentonita 750 (b) e Metabentonita 850 (c)	61
Fotografia 12 -	Microscopia da amostra GM850/1P/7D/72H	73
Fotografia 13 -	Microscopia da amostra GM850/1P/28D/48H	74

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 -	DRX das Bentonitas utilizadas na pesquisa	59
Gráfico 2 -	FTIR da Bentonita in natura, Metabentonita 750 e Metabentonita 850	60
Gráfico 3 -	Resistência à compressão das amostras curadas a 60°C	64
Gráfico 4 -	Resistência à compressão das amostras curadas a 80°C	64
Gráfico 5 -	Valores de Resistência à Compressão dos Geopolímeros de Metabentonita 750	66
Gráfico 6 -	Valores de Resistência à Compressão dos Geopolímeros de Metabentonita 850	68
Gráfico 7 -	Difratogramas das amostras GM850/1P/28D/48H e GM850/1P/7D/72H	70
Gráfico 8 -	FTIR das amostras de geopolímero com maior valor de resistência à compressão e da Metabentonita 850	72

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Valores de resistência à compressão do segundo grupo de amostras

65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Materiais utilizados na pesquisa	35
Tabela 2 -	Ensaio realizado nas matérias-primas e nos geopolímeros	38
Tabela 3 -	Condições de síntese testadas com a Metabentonita 750	51
Tabela 4 -	Condições de síntese para as amostras de geopolímeros com Metabentonitas 750 e 850	52
Tabela 5 -	Massa específica das Bentonitas utilizadas na pesquisa	56
Tabela 6 -	Área Superficial da Bentonita in natura, Metabentonita 750 e Metabentonita 850	57
Tabela 7 -	Tamanho de Partículas da Bentonita in natura, Metabentonita 750 e Metabentonita 850	57
Tabela 8 -	Resultado das análises de FRX para as Bentonitas utilizadas na pesquisa. Unidade em % de massa	58
Tabela 9 -	Índice de atividade pozolânica Chapelle dado em mg de Ca(OH) ₂ fixado por grama de bentonita	62
Tabela 10 -	Valores de resistência à compressão do primeiro grupo de amostras analisado	63
Tabela 11 -	Análise de variância da resistência mecânica com os geopolímeros de Metabentonita 750	65
Tabela 12 -	Análise de variância da resistência mecânica com os geopolímeros de Metabentonita 750 de 1 e 2 partes	67
Tabela 13 -	Análise de variância da resistência mecânica com os geopolímeros de Metabentonita 850 de 1 e 2 partes	68

LISTA DE SIGLAS

CO ₂	Dióxido de oxigênio (gás carbônico)
DRX	Difração de raios X
FTIR	Infravermelho por transformada de Fourier
Metabentonita 750	Bentonita tratada termicamente a 750°C durante 3 horas
Metabentonita 850	Bentonita tratada termicamente a 850°C durante 3 horas
MEV	Microscopia eletrônica de Varredura
OPC	Cimento Portland Comum
TGA/DTG	Analisador termogravimétrico/ Termogravimetria derivada

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	Justificativa e Motivação	18
2	OBJETIVOS	19
2.1	Objetivo Geral	19
2.2	Objetivos Específicos	19
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	20
3.1	Os Geopolímeros	20
3.1.1	<i>Condições Gerais</i>	20
3.1.2	<i>Síntese de Geopolímeros</i>	22
3.1.3	<i>Precursores Geopoliméricos</i>	25
3.2	A Bentonita	26
3.2.1	<i>Considerações Gerais</i>	26
3.2.2	<i>A Microestrutura da Bentonita</i>	27
3.3	Geopolímeros de Bentonita	31
3.3.1	<i>Considerações Gerais</i>	31
3.3.2	<i>Relação Molar SiO₂/Al₂O₃</i>	32
3.3.3	<i>Efeito da Alcalinidade do Ativador</i>	33
3.3.4	<i>Tempo e Temperatura de Cura</i>	33
4	MATERIAIS E MÉTODOS	35
4.1	Materiais	35
4.2	Metodologia Experimental	35
4.3	Caracterização das Matérias-Primas	36
4.3.1	Ensaio de Caracterização	37
4.3.1.1	<i>Ensaio de Massa Específica - Le Chatelier (NBR NM 23)</i>	39
4.3.1.2	<i>Ensaio de Granulometria</i>	40
4.3.1.3	<i>Ensaio de Área Superficial – BET</i>	40
4.3.1.4	<i>Teste de Reatividade Chapelle Modificado</i>	41
4.3.2	Caracterização Microestrutural	43
4.3.3	Produção dos Geopolímeros	44
4.3.3.1	<i>Estudos Preliminares</i>	44
4.3.3.2	<i>Síntese do Geopolímero de Bentonita Sem Tratamento Térmico</i>	45
4.3.3.3	<i>Amostras do Geopolímero com Metabentonita 750</i>	47
4.3.3.4	<i>Moldagem dos Corpos de Prova e Parâmetros Utilizados</i>	49
4.3.3.5	<i>Razão Si/Al e Concentração Molar</i>	51
4.3.3.6	<i>Efeito da Temperatura de Cura</i>	51
4.3.4	Amostras Confeccionadas para Análise	51
4.3.5	Ensaio de Resistência à Compressão	53
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	56
5.1	Caracterização dos Materiais	56
5.1.1	<i>Massa Específica</i>	56
5.1.2	<i>Área Superficial – BET</i>	56

5.1.3	<i>Granulometria</i>	57
5.1.4	<i>Composição Química</i>	57
5.1.5	<i>Difração de Raios-X</i>	59
5.1.6	<i>Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	60
5.1.7	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	61
5.1.8	<i>Reatividade das Bentonitas</i>	62
5.2	<i>Produção dos Geopolímeros</i>	62
5.2.1	<i>Resistência à Compressão</i>	62
5.2.2	<i>Difração de Raios-X (DRX)</i>	69
5.2.3	<i>Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	71
5.2.4	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	72
6	CONCLUSÕES	75
	REFERÊNCIAS	76

1 INTRODUÇÃO

As transformações que o homem vem causando no meio ambiente, ao longo dos anos, têm gerado consequências notórias que afetam a todos (ZHANG *et al.*, 2014), e motivado a redução desses impactos. O desenvolvimento de materiais sustentáveis com redução do potencial poluidor na fabricação e uso é atualmente um foco fundamental na indústria global de habitação e construção (ZHANG *et al.*, 2014).

Em meio à busca por tais materiais, os geopolímeros emergiram como um dos materiais não metálicos inorgânicos mais promissores nos últimos anos, devido às suas notáveis vantagens, como baixa taxa de emissão de CO₂ na sua produção, disponibilidade local das matérias-primas, boa resistência térmica, estrutura porosa leve, etc. (ZHANG *et al.*, 2021).

Foi na década de 70 que Davidovits nomeou de "geopolímeros" os materiais alumino-silicatos tridimensionais que são formados a baixa temperatura por alumino-silicatos de ocorrência natural. Hoje em dia, a abundância de nomes que descrevem esses materiais, incluindo cerâmicas com limites alcalinos, hidrocerâmicas e cimentos ativados por alcalinos, cria muita confusão; no entanto, em todos os casos a ativação alcalina está essencialmente envolvida. Provavelmente, um termo amplo mais apropriado que descreve os materiais produzidos seria "polímeros inorgânicos" (KOMNITSAS, 2007).

Os geopolímeros foram previamente previstos para aplicações de resistência a incêndio, no entanto, desde o início da década de 1980 esses materiais têm sido estudados para diversas outras aplicações, como estabilização de solo, como mostra a pesquisa de Tigue *et al.* (2018), imobilização de metais pesados em corpos hídricos, como mostra a pesquisa de Ariffin *et al.* (2021) e argamassas geopoliméricas, como mostra Yanuari *et al.* (2020). Os geopolímeros são considerados, dentre outras finalidades, uma alternativa ao cimento Portland comum, não somente devido ao seu baixo nível de CO₂ incorporado ao processo produtivo, mas também por atingirem, em alguns casos, vantagens de desempenho mecânico e alta resistência química (NOVAIS; PULLAR; LABRINCHA, 2020).

Muitos materiais aluminossilicatos, incluindo materiais pozolânicos naturais e subprodutos de resíduos industriais têm sido utilizados para síntese de geopolímeros em todo o mundo (ZHANG *et al.*, 2021). As argilas, inclusive, são empregadas para a síntese geopolimérica devido à riqueza de óxidos Si e Al, além de serem encontradas facilmente, são baratas e parecem muito adequadas para síntese geopolimérica. Entre os aluminossilicatos, o metacaulim tem sido um dos mais explorados como precursor geopolimérico, dada sua composição química rica em SiO₂ e Al₂O₃, principais óxidos necessários para a síntese. No entanto, outros materiais argilosos mostram-se promissores, por aliar composição química e menor custo. Dentre essas argilas, a bentonita tem se

destacado na síntese geopolimérica, conforme mostram as pesquisas de Peng *et al.* (2017) e Yang *et al.* (2020), que obtiveram com sucesso geopolímero aliando bentonita ao metacaulim em sua composição.

1.1 Justificativa e Motivação

Os geopolímeros podem ser produzidos por materiais ricos em sílica e alumina em ambiente fortemente alcalino. Muitos materiais têm sido utilizados para este fim, em especial o metacaulim, porém outros argilominerais também podem ser usados para esta aplicação. O uso de bentonita para sintetizar geopolímeros pode resultar em geopolímeros mais baratos em algumas regiões onde não é disponível o metacaulim, além de ser mais uma opção de precursor disponível. A literatura disponível tem poucas informações sobre geopolímeros utilizando apenas a bentonita como precursora geopolimérica, sendo mais utilizada como adição ao processo de geopolimerização. Assim, esse estudo propõe o uso deste argilomineral para produzir geopolímeros, e como fatores como temperatura de cura, tempo de cura, concentração do hidróxido e tipo de síntese influenciam na formação do geopolímero de bentonita.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver geopolímeros a partir de metabentonita como precursor reacional.

2.2 Objetivos Específicos

- Estudar o efeito do tratamento térmico da bentonita na reatividade da metabentonita para produção de geopolímeros;
- Efeito da razão sílica/alumina e da concentração do hidróxido de sódio na produção de geopolímeros de metabentonita tratada termicamente a 750°C e 850°C;
- Efeitos de variações de tempo e temperatura de cura nas propriedades mecânicas dos geopolímeros com metabentonita;
- Efeito da síntese de geopolímeros de metabentonita em 1 e 2 partes.

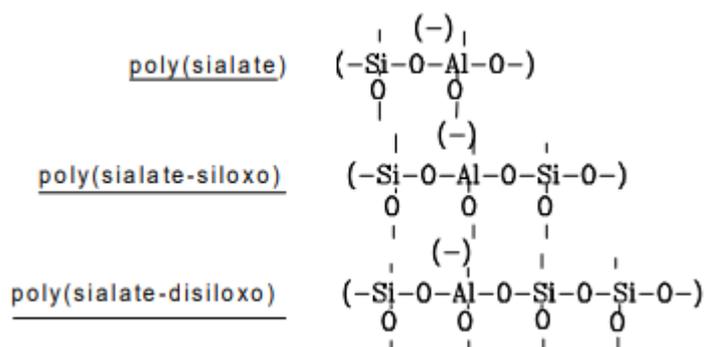
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Os Geopolímeros

3.1.1 Condições Gerais

O geopolímero é um tipo de polímero inorgânico reticulado de cadeia longa entre unidades tetraédricas de AlO_4 e SiO_4 , obtido em meio fortemente alcalino, e que possui uma estrutura tridimensional no estado amorfo, resultante da polimerização de monômeros aluminossilicatos em uma solução alcalina. A estrutura possui uma grande cadeia molecular de silício, alumínio e oxigênio que nomeada polissialato. Os monômeros determinam a estrutura de geopolímeros, podendo ser: polissialatos $(-Si-O-Al-O)_n$, polissiloxossialato $(-Si-O-Al-O-Si-O)_n$ ou polidissiloxossialato $(-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O)_n$ (DAVIDOVITS, 1991), conforme mostrado na Figura 1.

Figura 1 - Representação dos polissialatos



Fonte: Davidovits (1991).

O termo "geopolímero" foi introduzido por Davidovits na década de 1970 referindo-se ao processo de ativação alcalina e geopolimerização do metacaulim, e desde então tem sido usado para uma gama de materiais poliméricos aluminossilicatos sintéticos (SOUTSOS *et al.*, 2016). Ainda segundo Soutsos *et al.* (2016), o potencial de uso de outros materiais aluminossilicatos reativos sintéticos ativados com uma gama de soluções alcalinas concentradas tornou-se crescente, e uma das aplicações mais interessantes é o seu uso como um aglutinante sem cimento que pode substituir pastas baseadas em cimento portland em materiais de construção, como produtos de concreto e argamassa. Eles também podem ser usados para revestimentos e adesivos, como aglomerante em substituição ao cimento Portland e também para encapsulamento de resíduos. Na construção civil, destacam-se em várias

aplicações, como: construção verde e materiais de construção, reparo e fortalecimento de materiais para infraestruturas e estruturas patrimoniais, componentes estruturais resistentes ao calor (isolantes térmicos), materiais de contenção de resíduos tóxicos e radioativos, cerâmicas de baixo custo e refratárias, etc. (ZHANG *et al.*, 2021). Segundo Brus *et al.* (2016), outras aplicações típicas dos geopolímeros são: uso como catalisadores, membranas e material de armazenamento para produtos químicos tóxicos, bem como compósitos fotoativos.

Os geopolímeros são análogos das zeólitas já que a química envolvida é similar. Entretanto, os produtos resultantes são diferentes em ordenação da estrutura interna. Durante a geopolimerização, uma vez que o aluminossilicato é misturado com a solução alcalina, é rapidamente formada uma pasta geopolimérica e não há tempo suficiente para formação de uma estrutura cristalina, esta é a principal diferença entre as zeólitas e os geopolímeros. Enquanto as zeólitas apresentam uma estrutura cristalina, os geopolímeros são materiais amorfos (KOMNITSAS; ZAHARAKI, 2007).

Os concretos de polímeros inorgânicos, ou "geopolímeros", emergiram como novos materiais de engenharia com potencial para formar um elemento substancial de uma indústria de produtos de construção ambientalmente sustentável (DUXSON *et al.*, 2007). Um atributo fundamental da tecnologia geopolimérica é a robustez e versatilidade do processo de fabricação; permite que os produtos sejam feitos sob medida a partir de uma variedade de fontes de cinzas de carvão e outras matérias-primas aluminossilicadas para que tenham propriedades específicas para uma determinada aplicação a um custo competitivo.

Os geopolímeros têm vasta aplicação como adsorvente de poluentes em corpos hídricos, e embora o carbono ativado seja muito caro e haja uma necessidade de regeneração após cada ciclo de adsorção, é o adsorvente mais usado para este fim devido à sua área de superfície estendida, estrutura microporosa, alta capacidade de adsorção e alto grau de reatividade superficial. Conseqüentemente, esse problema de custo levou à busca por materiais alternativos baratos e eficientes, incluindo argilas como sepiolita, zeolita, montmorillonita, smectita, bentonita, aluminita e perlita. A ampla utilidade desses tipos de argila é resultado de sua alta área de superfície específica, sua alta estabilidade química e mecânica, e uma variedade de propriedades superficiais e estruturais. A natureza química e a estrutura dos poros das argilas geralmente determinam sua capacidade de adsorção (ÖZCAN; ERDEM; ÖZCAN, 2004).

Uma das principais vantagens dos geopolímeros sobre os cimentos tradicionais do ponto de vista ambiental é a taxa de emissão de CO₂ muito menor na fabricação de geopolímeros em comparação com a produção de OPC, pois a calcinação do clínquer de cimento não só consome uma grande quantidade de energia derivada de combustíveis fósseis, mas também libera CO₂ como um produto de reação. Enquanto o uso de uma solução de ativação de hidróxido alcalino ou silicato em vez de água para hidratação de cimento reintroduz algum

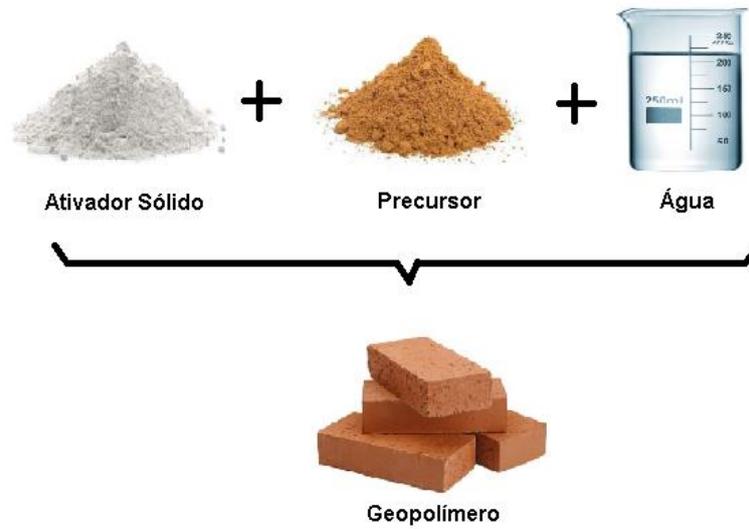
custo relacionado, espera-se que a redução da emissão de CO₂ devido à utilização generalizada do geopolímero seja altamente compensatória (DUXSON *et al.*, 2007). O consumo de energia e redução das emissões de gases do efeito estufa durante a fabricação chega a ser de 80% menos carbono se comparado ao processo de fabricação do cimento Portland, além de gerarem concretos geopoliméricos que apresentam propriedades semelhantes ou superiores às encontradas no cimento tradicional (LIMA, 2018).

3.1.2 Síntese de Geopolímeros

A síntese de geopolímeros envolve as seguintes etapas: moagem e, em seguida, tratamento térmico das matérias-primas, preparação de um ativador alcalino, mistura das fases sólida e líquida e, finalmente, a reação de geopolimerização. Existem dois tipos de geopolímeros, que diferem entre si no modo como são sintetizados: (1) geopolímeros de uma parte, onde "basta adicionar água", cujo esquema de síntese é mostrado na Figura 2; e (2) geopolímeros de duas partes, que são "alumino-silicatos sólidos (geralmente em pó) mais um ativador alcalino", cujo esquema de síntese é mostrado na Figura 3. Propriedades ótimas em geopolímeros de duas partes podem ser obtidas gerenciando a combinação de vários precursores (HAQ *et al.*, 2020).

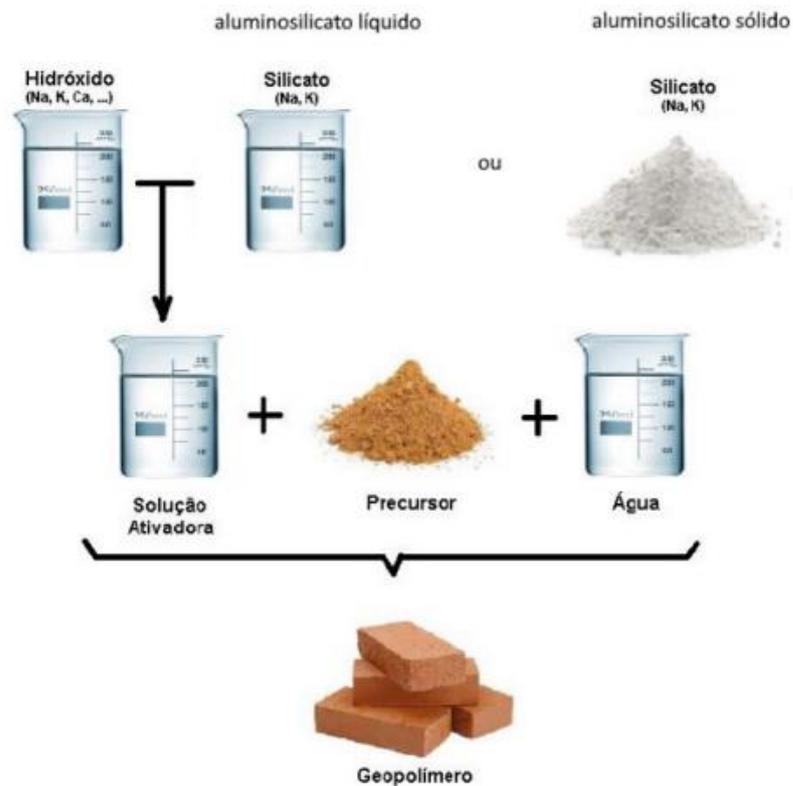
Os ativadores mais utilizados são misturas de hidróxido de sódio ou de potássio (NaOH, KOH) com silicatos de sódio ou de potássio (Na₂SiO₃, K₂SiO₃). Estudos efetuados com misturas contendo metacaulino revelaram que a resistência mecânica dos geopolímeros aumenta com o aumento da concentração dos ativadores até um valor ótimo de 12 M (PINHEIRO, 2017).

Figura 2- Esquema de síntese de geopolímeros de 1 parte, onde se misturam os pós com a água.



Fonte: A Autora (2023).

Figura 3 - Esquema de síntese de geopolímeros de 2 partes, onde se mistura a solução ativadora com o precursor e a água.



Fonte: A Autora (2023).

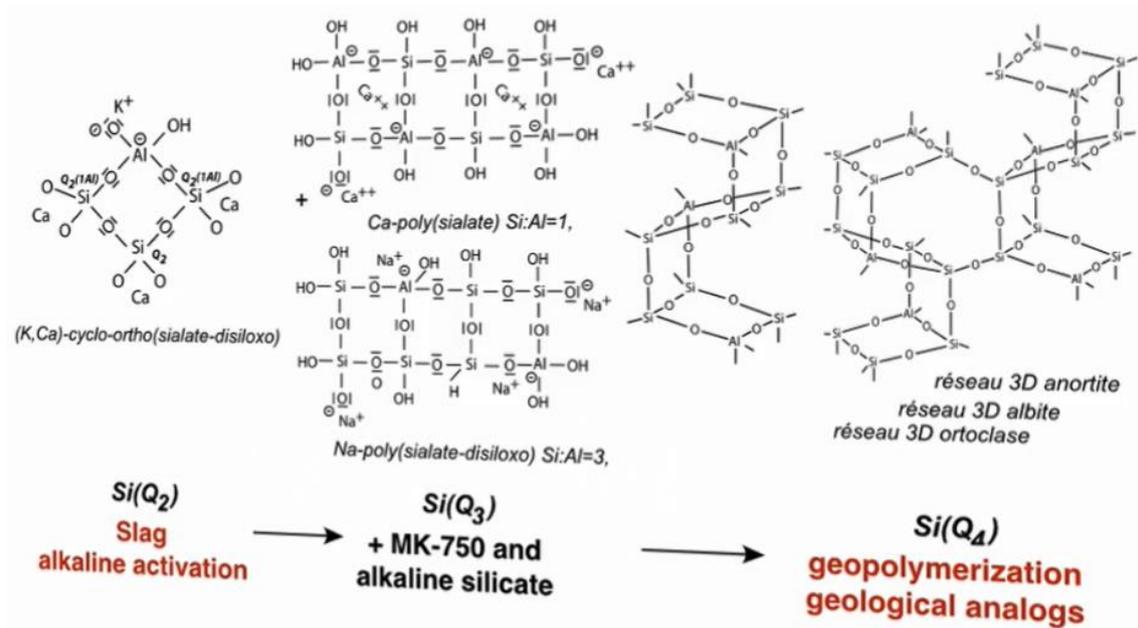
Nos geopolímeros de duas partes os precursores são ativados por soluções ativadoras alcalinas (Wang *et al.*, 1994). As soluções de ativadores alcalinos são altamente corrosivas e difíceis de armazenar, transportar e manusear, o que afeta a produção em massa e traz preocupações quanto à segurança aos trabalhadores que tem contato direto com o produto em campo. Portanto, os geopolímeros de uma parte estão atraindo cada vez mais atenção, que são preparados simplesmente adicionando água em uma mistura de precursores e ativadores sólidos, muitas vezes silicato de sódio. O processo de produção é então simplificado e não há mais necessidade de lidar com a periculosidade da solução ativadora de álcalis, o que conseqüentemente facilita a produção em massa e a aplicação na engenharia (ZHAO *et al.*, 2023).

Alguns estudos têm sido realizados para analisar a síntese e as propriedades mecânicas do geopolímero de uma parte, em comparação ao geopolímero equivalente de duas partes. Zhang *et al.*(2021) prepararam argamassas geopoliméricas a partir de precursores à base de metacaulim e cinzas volantes, ativados por Na_2SiO_3 e verificaram que a resistência à flexão e à compressão das argamassas geopoliméricas de uma parte foi até 12% e 35% menor do que as argamassas geopoliméricas de duas partes; Nematollahi *et al.* (2015) prepararam geopolímero a partir de uma mistura de cinza volante, escória e cal hidratada, ativada por Na_2SiO_3 e verificaram que a resistência à compressão e a trabalhabilidade do geopolímero de uma parte foram 31% e 35% menores do que o geopolímero de duas partes; Ren *et al.* (2021) prepararam geopolímero a partir de escória ativada e soluções de metassilicato de sódio anidro, e verificaram que as resistências à compressão e à flexão do geopolímero de uma parte foram 11,04% e 4,83% menores do que as do geopolímero de duas partes.

Diferença entre ativação alcalina e geopolimerização

É importante, no entanto, ressaltar a diferença entre materiais alcali-ativados e geopolímeros. Davidovits (2018) explica que a ativação alcalina é apenas uma etapa da geopolimerização, e para esta ser efetivada deve haver a adição de um elemento que irá interagir com os cátions livres deixados pela ativação alcalina, formando um composto mais estável, de estrutura tridimensional. Para uma melhor compreensão do processo, é mostrado na Figura 4 o processo de geopolimerização da escória de alto-forno, que passa inicialmente pelo processo de ativação alcalina, é adicionado metacaulim e um silicato alcalino, e gera o produto da geopolimerização numa rede tridimensional, mais estável.

Figura 4 - Geopolímero de escória e metacaulim.



Fonte: Davidovits (2018).

Ainda levando em consideração a diferença entre materiais álcali-ativados e geopolímeros, verifica-se que no ensaio de resistência à compressão, a escória de alto forno álcali-ativada (AAS) obtém uma resistência à compressão maior que a do geopolímero de escória e metacaulim, porém a AAS não é estável a longo prazo com propriedades físico-químicas pobres porque os cátions Na⁺ ou K⁺ estão localizados na borda do oligômero (K, Ca) - ciclo-orto (sialato-disiloxo) com Si (Q₂). Eles podem migrar facilmente em contato com a água e serem lixiviados. Este não é o caso do cimento geopolimérico com sua rede tridimensional, a geopolimerização fornece estabilidade a longo prazo porque os cátions Na⁺ ou K⁺ são fixados e presos dentro das estruturas dos tipos Ca-anortita, Na-albita ou K-ortoclase (como no feldspato ou plagioclásio natural), e ao variar a proporção de escória / metacaulim, os usuários finais podem escolher a resistência ideal com durabilidade de longo prazo e resistência à corrosão para cimentos geopoliméricos, por exemplo (DAVIDOVITS, 2018).

Diversos fatores podem afetar a reação de geopolimerização, como concentração da solução ativadora, o metal alcalino na solução ativadora, velocidade e tempo de agitação, composição do material precursor, temperatura e condições de cura, tempo de cura, a circulação de ar, a relação molar entre os átomos de silício e alumínio, a relação molar entre o metal alcalino e silício e a relação líquido/sólido (LIMA, 2018). Assim, tais parâmetros precisam ser avaliados para propor novos precursores.

3.1.3 Precursores Geopoliméricos

Os precursores geopoliméricos são aluminossilicatos empregados para dissolução em uma solução alcalina para geração de geopolímeros. Qualquer composto pozolânico ou fonte de alumínio e sílica que seja facilmente dissolvido em uma solução alcalina pode ser empregado como um precursor geopolimérico. O metacaulim foi o primeiro material utilizado para síntese de geopolímeros e é obtido a partir da queima da caulinita em temperatura controlada. O calor ajuda a aumentar a reatividade da caulinita na reação de geopolimerização, e a calcinação bem feita da caulinita leva a fases amorfas altamente pozolânicas (LIMA, 2018).

De particular interesse é a seleção de materiais precursores aluminossilicatos que surgem de resíduos industriais ou como subprodutos pozolânicos, que estão prontamente disponíveis nas indústrias existentes. Estes incluem cinzas volantes e escória de alto-forno, e embora a escória de alto-forno tenha uma demanda relativamente alta de uma base de mercado existente, apresenta um valor relativamente alto associado (SOUTSOS *et al.*, 2016). Uma outra alternativa ao uso de resíduos industriais, é o uso de argilas de aluminossilicatos disponíveis em grande escala na natureza, escória de alto forno (RAMOS *et al.*, 2022), lama vermelha (SUN *et al.*, 2022), cinza da casca de arroz (BAI *et al.*, 2023), dentre outros.

Os geopolímeros feitos com metacaulim são vistos como um sistema modelo, já que foi o primeiro precursor investigado na produção dos geopolímeros, e ainda hoje o metacaulim é o precursor mais utilizado pelos pesquisadores devido à sua elevada taxa de dissolução em meio alcalino e à facilidade de controle da relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (LIMA, 2018). No entanto, a busca por novos precursores é uma estratégia importante para ampliar o uso de geopolímeros, a fim de viabilizar custos de síntese e uso de materiais que tenham mais disponibilidade onde o metacaulim não se encontra disponível.

3.2 A Bentonita

3.2.1 Considerações Gerais

O termo bentonita foi aplicado pela primeira vez a um tipo de argila plástica e coloidal de uma rocha descoberta em Fort Benton, Wyoming, Estados Unidos. Embora, originalmente, o termo bentonita se refira à rocha argilosa descoberta, atualmente designa a uma argila constituída do argilomineral montmorilonita (LUZ; LINS, 2008). Este argilomineral faz parte do grupo esmectita, uma família de argilas com propriedades semelhantes, que inclui além da montmorillonita, a beidelita, nontronita, hectorita e saponita (CALLEGARO, 2017).

A formação de bentonita envolve a alteração do vidro vulcânico em minerais de argila; isso requer hidratação (tomando ou combinação com água) e uma

perda de álcalis, bases e possivelmente sílica, com a preservação das texturas do vidro vulcânico original (BRITANNICA ACADEMIC, 2009). A bentonita natural é uma das argilas minerais mais multifuncionais com baixo custo, acessibilidade abundante, excelente capacidade de inchaço, propriedade viscoelástica em baixa concentração, excelente capacidade de absorção e propriedades ecológicas (HAJIZADEH et al., 2020).

É uma argila de granulação muito fina, caracterizada por um brilho semelhante ao de ceras ou de pérolas, e por um tato escorregadio; incha naturalmente pela absorção de água e apresenta grau de inchamento intermediário após calcinação (forma conhecida como metabentonita) (SANTOS, 1928).

Esta argila natural pode ser utilizada como absorvente em vários campos, como purificação de água e absorção de metais pesados devido à sua estrutura específica. A absorção de íons metálicos é realizada pelo processo de troca de íons e, assim, a absorção de poluentes orgânicos pelo espaço intercamada de bentonita. Na presença de uma solução alcalina forte, a rápida dissolução de materiais aluminossilicatos é conduzida para formar oligômeros $\text{Si}[\text{OH}]_4$ e $\text{Al}[\text{OH}]_4$. Após a fabricação dos oligômeros, as unidades tetraedais são unidas para gerar redes geopoliméricas amorfas e tridimensionais $([-(\text{Si-O})_z-\text{Al-O-}]_n)$. De acordo com as condições de síntese, seleção de matérias-primas, a razão entre silício e alumínio, elemento alcalino e outras opções de reforço, as características dos geopolímeros serão diferentes e dependerão desses itens (HAJIZADEH et al., 2020).

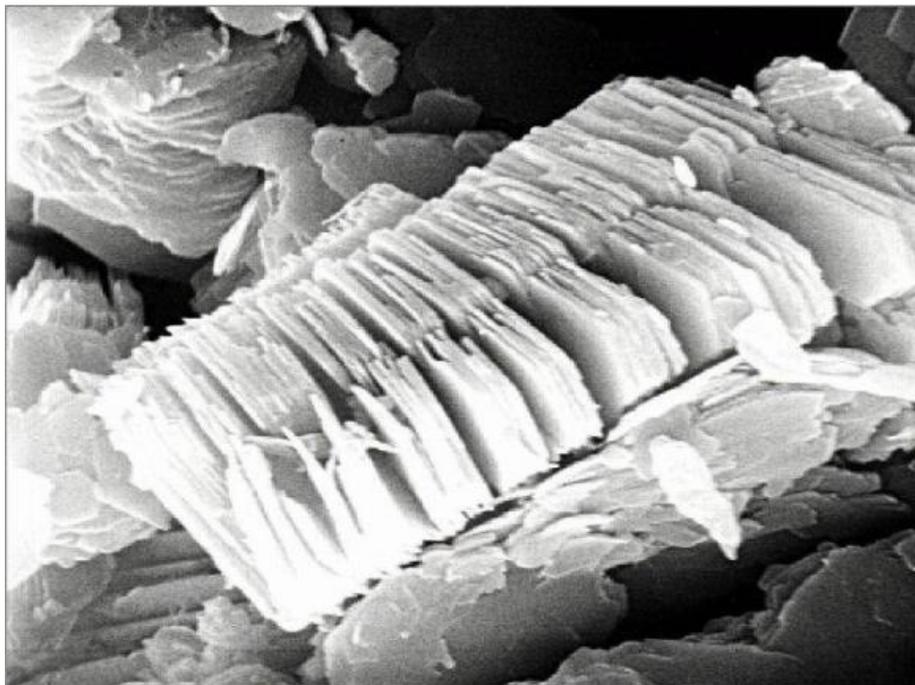
3.2.2 A Microestrutura da Bentonita

A estrutura de camada da bentonita é do tipo 2:1 na qual a folha octaedral é sanduíche entre duas folhas de sílica tetraedral, com cátions de água e metal existentes entre os espaços das camadas, que são negativamente carregadas e mantidas juntas por balanceamento de carga com Ca^{2+} e Na. A bentonita natural é conhecida por ter capacidade de adsorção moderada para metais pesados e certas substâncias orgânicas devido à alta capacidade de troca de cátion (CEC), que é em torno de 40-130 meq/100 g e alta carga superficial em sua estrutura de rede, no entanto, devido à sua natureza hidrofílica, a bentonita natural não é um bom adsorvente para muitos compostos orgânicos. Portanto, a modificação da bentonita natural é necessária para aumentar sua capacidade de adsorção. A combinação de argila e outros materiais, como óxidos de metal e polímeros, ganhou muita atenção dos pesquisadores nos últimos anos. Esses materiais compostos à base de argila têm excelente capacidade para remover vários contaminantes orgânicos e inorgânicos (PUTRO; SANTOSO; ISMADJI; JU, 2017).

As bentonitas são minerais filossilicatos formados basicamente por folhas (filos) paralelas de silicatos hidratados de alumínio, magnésio ou ferro, como

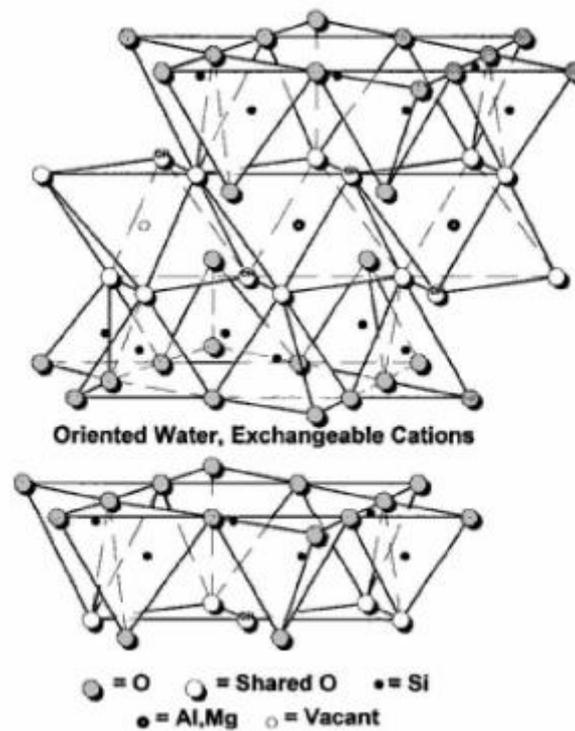
mostra a Figura 5. Os microcristais da bentonita são únicos, constituídos pelo empilhamento de camadas lamelares de silicatos metálicos hidroxilados. Essas camadas compreendem três subcamadas: uma tetraédrica de silício, uma di-octaédrica de alumínio e outra tetraédrica de silício (REDKO, 2008). A Fotografia 1 ilustra essa estrutura.

Fotografia 1 - Microfotografia em microscópio eletrônico de um microcristal de Bentonita. As "folhas" são as camadas do filossilicato, de aprox. 1 nanômetro de espessura individual.



Fonte: Redko (2008).

Figura 5 - Estrutura cristalina da bentonita.



Fonte: Redko (2008).

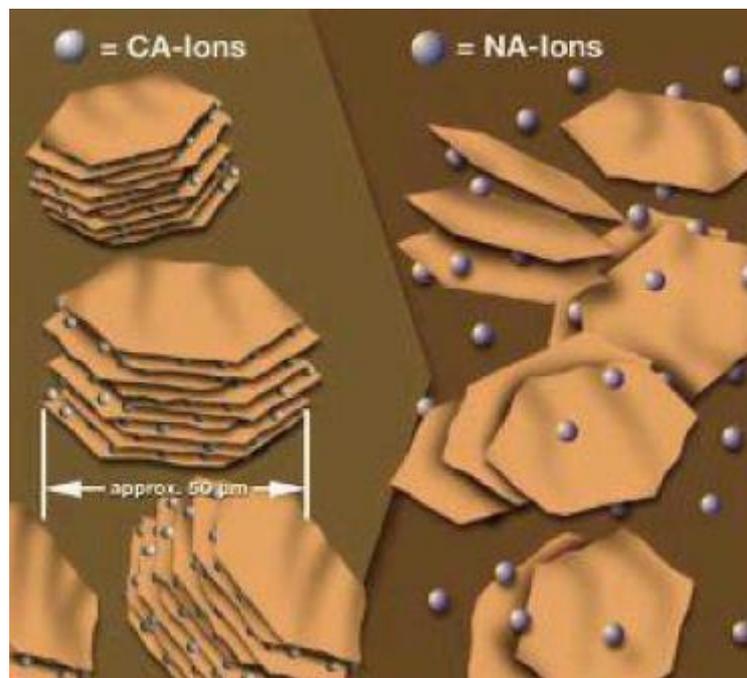
Durante a formação geológica das bentonitas ocorre uma substituição isomórfica de parte do Al^{3+} por Mg^{+2} na subcamada octaédrica, essa substituição gera um desbalanceamento entre as cargas iônicas e a neutralidade elétrica de cada camada é restaurada pela introdução de cátions metálicos hidratados entre as lâminas da bentonita. A bentonita é denominada sódica se os cátions neutralizantes forem Na^+ , e denominada bentonita cálcica se a maioria dos cátions neutralizantes for Ca^{2+} (REDKO,2008).

As bentonitas de sódio absorvem grandes quantidades de água, inchando muitas vezes seu volume original, aproximadamente 10 vezes, segundo Redko (2008), e são usados para selar barragens, em areias fundiárias de ligação, amianto e lã mineral, como lama de perfuração, em cimentos portland e concreto, cerâmicas, emulsões, inseticidas, sabonetes, farmacêuticos e tintas, na fabricação de papel, para clarificar água, sucos e bebidas alcoólicas, e como um amaciante de água para remover cálcio da água dura. As bentonitas de cálcio incham até 3 vezes seu volume com adsorção de água e se dividem a um agregado finamente granular que é amplamente utilizado como uma argila absorvente (BRITANNICA ACADEMIC, 2009).

Além dos cátions trocáveis sódio e cálcio, o espaço entre as camadas da bentonita é ocupado por camadas de água interlaminar orientada, e essa água permite que haja delaminação hidráulica. Quando a bentonita sódica é imersa em água e incha, são incorporadas camadas de água entre as camadas de bentonita, que acabam se separando, vencidas pela atração fraca que existe. As

bentonitas sódicas apresentam estrutura coloidal quando dispersas em água e são usadas como agentes reológicos devido a estrutura que suas partículas delaminadas formam na água (REDKO,2008). A Figura 7 mostra o esquema de hidratação da bentonita sódica e da bentonita cálcica.

Figura 6 - Hidratação da bentonita cálcica à esquerda, e da bentonita sódica à direita.



Fonte: Redko (2008).

Ainda segundo Callegaro (2017), as esmectitas possuem características tais como a capacidade de expansão de até 20 vezes seu volume inicial e capacidade de troca catiônica (CTC) na faixa de 70 a 130 meq/100g. Bentonitas sódicas (ou bentonitas wyoming) se expandem mais e apresentam um aspecto de gel, enquanto as bentonitas cálcicas (ou bentonitas brancas) se expandem menos ou simplesmente não se expandem. As bentonitas que têm uma capacidade de expansão moderada são tidas como intermediárias ou mistas. As bentonitas sódicas artificiais são produzidas por meio do tratamento de bentonitas cálcicas com barrilha (carbonato de sódio) (SUMÁRIO MINERAL, 2013).

A capacidade de inchamento da bentonita cálcica pode ser melhorada trocando-se os íons de cálcio por íons de sódio, originando a bentonita sódica sintética, que também delamina na água, de maneira semelhante a bentonita sódica natural, e apresentam também estrutura coloidal quando dispersas em água. A dispersão das lamelas da bentonita em água pode levar à completa individualização das mesmas (REDKO, 2008).

As principais jazidas de bentonita em operação no Brasil estão localizadas no município de Boa Vista, Estado da Paraíba. Existem outros depósitos de bentonita, no município de Vitória da Conquista-BA, com possibilidade de

aproveitamento econômico. As bentonitas de Boa Vista são cálcicas e para serem utilizadas, industrialmente, precisam ser ativadas com carbonato de sódio (barrilha), para serem transformadas em sódicas. Esse processo foi desenvolvido e patenteado na Alemanha, no ano de 1933, pela empresa Erbsloh & Co e é atualmente utilizado pelos países que não dispõem de bentonita sódica natural. (LUZ; LINS, 2008)

A bentonita do ponto de vista comercial (argila industrial), é classificada em três tipos principais: bentonita crua de sódio, bentonita ativada por sódio e bentonita de cálcio. Bentonita de sódio (Na-montmorillonite) tem alta capacidade para absorver água, o que causa expansão em muitas vezes seu volume inicial, apresentando inchaço acima de 30 mL/2 g de argila, e a formação de suspensões tixotrópicas na água. Em contrapartida, a bentonita de cálcio (Ca-montmorillonite) é caracterizada por um comportamento de não inchamento e, portanto, não forma suspensões tixotrópicas. Bentonita ativada com sódio é uma bentonita quimicamente modificada. A bentonita ativada por sódio também é classificada em três tipos com base no inchaço: Tipo I (≥ 35 mL/2 g), Tipo II (≥ 30 mL/2 g) e Tipo III (≥ 26 mL/2 g) (CARMO, ANGÉLICA, PAZ, 2021).

Já do ponto de vista da pesquisa acadêmica, a bentonita é classificada em pelo menos cinco tipos: sódio, cálcio, magnésio, potássio e policatiônica. Muitas das bentonitas que são classificadas como cálcicas levando em conta apenas o inchaço são na verdade de magnésio ou policatiônicas, que também não incham, e isso leva à classificação errônea de algumas bentonitas. Dependendo das características catiônicas, as bentonitas são usadas para diferentes propósitos. Por exemplo, as bentonitas de cálcio são usadas na clarificação de óleos e bebidas, enquanto as bentonitas de sódio são usadas como areias sanitárias de pets, fluidos de perfuração de poços de petróleo e água, e moldes de fundição e na pelotização (técnica de aglomeração) de minério de ferro (CARMO, ANGÉLICA, PAZ, 2021).

De acordo com o Departamento Nacional de Produção Mineral (atual ANM – Agência Nacional de Mineração), do total de importações de bentonita em 2014, aproximadamente 94% eram bentonita crua de sódio, e os demais 6% eram bentonita ativada por sódio. Nesse mesmo ano, 70,2% do consumo nacional de bentonita ativada por sódio foi para a pelotização de minério de ferro e para moldes de fundição. Esses números demonstram a importância dessa mercadoria para a grande indústria nacional (CARMO, ANGÉLICA, PAZ, 2021).

3.3 Geopolímeros de Bentonita

3.3.1 Considerações Gerais

Existem três materiais aluminossilicatos bastante comuns que podem ser usados para a síntese de geopolímeros, que são cinzas volantes, escórias

e argila calcinada. Bentonita como argila naturalmente disponível pode ser acessível de forma barata, e além disso, devido às suas características únicas, como alta área de superfície, alta razão $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$, estabilidade química, alta porosidade e alta capacidade de troca catiônica, pode ser usada em diferentes aplicações (MALEKI; HAJIZADEH; SHARIFI; EMDADI, 2019).

Montmorilonita, como principal componente da bentonita, pode ser usada para preparar geopolímeros em um ambiente alcalino, o que indica que a interface entre o geopolímero e a bentonita pode ser melhorada, e resultar em um bom desempenho mecânico (YANG *et al.*, 2020).

Quando a bentonita pré-inchada é introduzida na pasta de geopolímero de base metacaulim, a água excessiva não é consumida pela geopolymerização no sistema, resultando em um grande número de poros capilares no geopolímero endurecido. Aliado a isso, os poros formados por bentonita pré-inchada são diferentes daqueles formados pelas tecnologias tradicionais de incorporação de ar: eles são menores e também podem evitar as desvantagens causadas pela instabilidade da bolha de ar na matriz (JIANG *et al.*, 2019; Yang *et al.* (2020).

É importante atentar que a bentonita em grandes quantidades aumenta muito a viscosidade do meio, o que pode dificultar a trabalhabilidade da pasta, conforme observado nos trabalhos de JIANG *et al.* (2019) e Yang *et al.* (2020). Eles concluíram que a fluidez da pasta é melhor quando a concentração de bentonita na pasta seja no máximo 40%.

Como a bentonita é fonte de aluminossilicatos ela é adequada para agir como precursor reacional, desde que seja ativada termicamente. Esta ativação via tratamento térmico, semelhante à ativação realizada para produção de metacaulim, irá disponibilizar os óxidos de silício e alumínio necessários à geopolymerização. Acredita-se que a permanência de resíduos da estrutura ordenada da bentonita resistentes ao processo de queima possam contribuir para construção de vazios e assim formar poros controlados na matriz geopolimérica (como observado por Yang *et al.* (2020) e Jiang *et al.* (2019)).

3.3.2 Relação Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

A relação molar entre sílica e alumina é um dos parâmetros mais importantes para a síntese de um geopolímero e afeta diretamente a dissolução, hidrólise e reação de condensação dos geopolímeros. Uma maior dissolução, por exemplo, aumenta a disponibilidade de silício e alumínio para reação química. Outras características também estão relacionadas com a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Geopolímeros com relações entre 2 e 2,5 apresentam menos metacaulim residual que aqueles preparados com relações 3,0; 3,5 e 4,0. Com o aumento das relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, os geopolímeros apresentam um aumento da resistência mecânica, devido ao incremento das ligações Si-O-Si e da sílica residual como reforço. Geopolímeros com $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 > 3$ apresentam uma estabilidade química menor que aqueles com $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 < 2,5$; com a presença

de eflorescência na superfície, que é atribuída ao alto teor de álcali residual livre (LIMA, 2018).

Hajizadeh *et al.* (2020) utilizaram a razão Si/Al = 2 na síntese de geopolímero baseado em bentonita como substrato e incorporação de nanopartículas de NiFe₂O₄ na construção de um novo nanocomposto magnético. Yang *et al.* (2020) e Jiang *et al.* (2019) utilizaram razão Si/Al = 1,5 na síntese de geopolímero de metacaulim com adição de bentonita pré-inchada.

3.3.3 Efeito da Alcalinidade do Ativador

Segundo Novais *et al.* (2016), as pastas de menor molaridade têm maior expansão quando comparadas as de maior molaridade. Isso pode ser explicado devido às pastas produzidas com solução alcalina de baixa molaridade apresentarem baixa viscosidade e uma geopolimerização mais fraca e lenta, permitindo uma maior expansão das bolhas de oxigênio. Por outro lado, a utilização de soluções de maior molaridade traz uma maior viscosidade provocando uma reação de geopolimerização mais intensa e conseqüentemente uma menor expansão das bolhas de oxigênio produzindo mais poros fechados. Dessa maneira a porosidade e a densidade do material são influenciadas pela variação da molaridade (SILVA, 2019).

3.3.4 Tempo e Temperatura de Cura

A cura está intrinsecamente relacionada às etapas da geopolimerização, e como consequência, com a resistência mecânica e a porosidade do geopolímero formado. A cura aquecida melhora as propriedades dos geopolímeros, e a elevação da temperatura de cura acelera a dissolução das partículas, a difusão e a formação do gel (LIMA, 2018).

Diversos autores da literatura utilizaram temperaturas de cura variando entre 50°C e 90°C: Kljajević *et al.* (2019) utilizaram temperatura de cura de 60°C na síntese de geopolímeros de metabentonita; Hajizadeh *et al.* (2020) utilizou cura aquecida de 70°C por 72 horas; Jiang *et al.* (2019) testaram o efeito da cura aquecida a 50°C, 70°C e 90°C e perceberam melhora na força compressiva das amostras nas temperaturas mais elevadas de 70 e 90°C; Malecki *et al.* (2019) utilizaram cura aquecida de 75°C.

Yang *et al.* (2020) utilizaram cura a temperatura ambiente (20°C) e umidade relativa de 90% para a cura das amostras. Em ambos os casos, a bentonita foi utilizada como adição ao geopolímero de metacaulim.

Pinheiro (2017) realizou a cura de geopolímeros de metacaulim a 40°C, 60°C, 80°C e 100°C por 80 horas e verificou que as amostras sujeitas a temperaturas de cura superiores endureceram mais rapidamente que os geopolímeros curados nas demais temperaturas. Além disso, também foi notado ganho de resistência com o aumento da temperatura de cura até à temperatura de 80°C, para o mesmo tempo de cura (80 horas).

É importante avaliar como todos estes parâmetros reacionais e condições de cura afetam os geopolímeros produzidos com um novo precursor a fim de entender seus efeitos nas propriedades e se são influenciados da mesma forma que outros precursores de aluminossilicatos.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Neste trabalho, foi utilizada metabentonita a partir do tratamento térmico em duas temperaturas (750°C e 850°C) de bentonita sódica comercial *in natura* como precursor geopolimérico; silicato de sódio como fonte alternativa de silício (quando necessário para atingir razões molares dos óxidos); hidróxido de sódio como solução ativadora, sozinha ou em combinação com o silicato de sódio (quando necessário para atingir razões molares dos óxidos). Todos os produtos utilizados foram de uso comercial, cuja procedência é mostrada na Tabela 2.

Tabela 1 - Materiais utilizados na pesquisa.

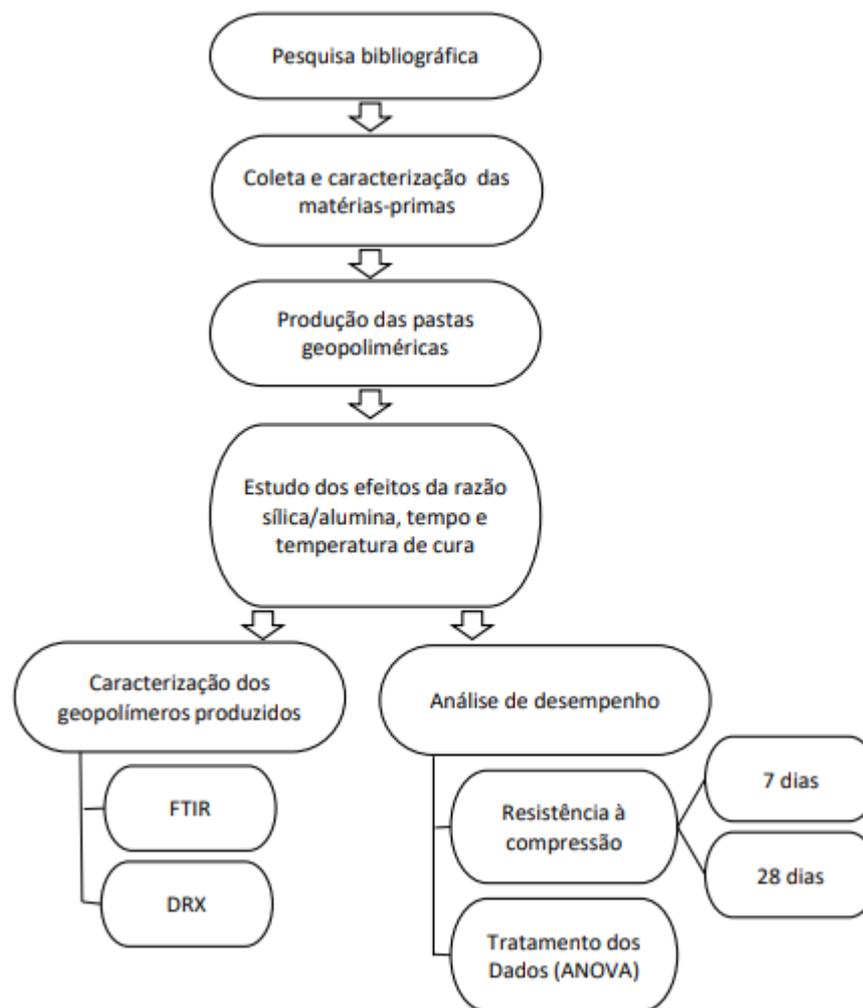
MATERIAL	PROCEDÊNCIA
Bentonita Nercongel	Nercon - Indústria, Comércio e Transportes LTDA. Boa Vista, PB
Silicato de Sódio Neutro líquido 1344-09-8	Pernambuco Química
Hidróxido de Sódio em Micro Pérola P.A.	Neon Química

Fonte: A Autora (2023).

4.2 Metodologia Experimental

A metodologia experimental foi elaborada de acordo com os objetivos geral e específicos definidos para esta pesquisa. Os experimentos foram realizados nos Laboratórios de Química, Construção Civil e Geotecnia da Universidade Federal de Pernambuco, Campus Agreste (UFPE – CAA), bem como no Laboratório de Edificações do Instituto Federal de Pernambuco (IFPE). No Fluxograma 1, estão esquematizadas as etapas deste trabalho.

Fluxograma 1 - Etapas do presente estudo.

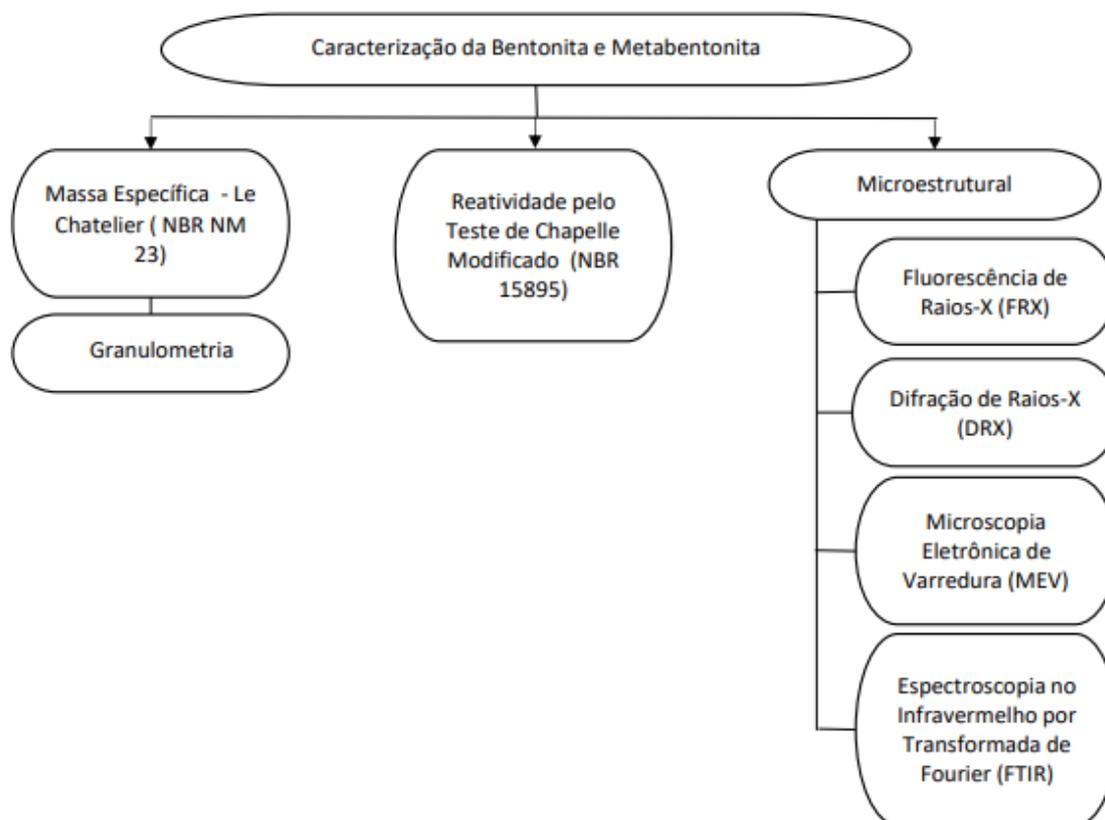


Fonte: A Autora (2023).

4.3 Caracterização das Matérias-Primas

Para a caracterização dos materiais, foram realizados os procedimentos experimentais em laboratório apresentados no fluxograma 2.

Fluxograma 2 - Caracterização dos materiais.



Fonte: A Autora (2023).

Uma avaliação detalhada da composição do material é necessária para o entendimento de seu comportamento na síntese geopolimérica. Ensaios de caracterização química, física e microestrutural do precursor geopolimérico foram realizados por Difração de Raios-X (DRX), Fluorescência de Raios-X (FRX), Espectroscopia no Infravermelho por Transformada Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

A utilização da bentonita como precursor foi avaliada, neste presente trabalho, para analisar seu comportamento como tal. Foram produzidos geopolímeros de bentonita com e sem tratamento térmico do precursor a fim de verificar a necessidade da ativação para a reação de geopolimerização.

4.3.1 Ensaios de Caracterização

Na Tabela 2 são apresentadas as análises realizadas para a caracterização dos materiais. Algumas dessas análises (DRX, FTIR e resistência

à compressão) também foram utilizadas para a caracterização dos geopolímeros produzidos.

Tabela 2 - Ensaios realizados nas matérias-primas e nos geopolímeros.

Técnica	Objetivo	Equipamento
Massa Específica	Obtenção da massa específica das matérias-primas, de acordo com a ABNT NBR NM23:2001	Frasco Volumétrico de Le Chatelier LQ (UFPE/CAA)
Tamanho de Partículas por Difração a Laser	Determinação do tamanho das partículas por meio da medição dos ângulos de difração do raio laser, que são relacionados ao diâmetro da partícula.	Litesizer 500 CETENE
Superfície específica por BET	Medição da área superficial da amostra por meio da adsorção de gases.	ASAP 2420 Micromeritics (CETENE)
Perda ao fogo	Determinação da perda de massa da amostra quando submetida à temperatura de 1050°C por 2h	Mufla LQ (UFPE/CAA)
Umidade	Determinar o teor de umidade do material para preparação da amostra para os demais procedimentos	Estufa LQ (UFPE/CAA)
Fluorescência de Raios-X (FRX)	Identificação dos elementos químicos na composição química das matérias-primas	Rigaku PriMini LQ (UFPE/CAA)
Difração de Raios-X (DRX)	Caracterização qualitativa da estrutura cristalina das matérias-primas	Rigaku MiniFlex 600 LQ (UFPE/CAA)
Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	Identificação dos grupos funcionais através da vibração dos átomos no infravermelho	Shimadzu Prestige-21 LQ (UFPE/CAA)

Resistência à Compressão	Determinação da resistência à compressão aos 7 e 28 dias	Prensa manual Solotest 1.509.230 LCC (UFPE/CAA)
Resistência à Compressão	Determinação da resistência à compressão aos 7 e 28 dias	Prensa hidráulica Shimadzu modelo UH – 2000KN LE (IFPE Caruaru)

Fonte: A Autora (2023).

Duas prensas foram utilizadas devido à necessidade de manutenção da prensa hidráulica que surgiu durante os ensaios, que foram finalizados na prensa manual observando-se a equivalência entre as duas.

4.3.1.1 Ensaio de Massa Específica – Le Chatelier (NBR NM 23)

Uma metodologia de procedimentos simples, rápidos e de menor custo para a determinação da massa específica de materiais finos é o método que utiliza o frasco de Le Chatelier. E para a realização do ensaio a partir dessa metodologia emprega-se a NBR-NM23/2000.

O procedimento e cálculo deste método consiste nas seguintes etapas: enche-se o frasco de Le Chatelier com o auxílio de um funil de cano longo com querosene (para não ocorrer reações químicas com o material) até as marcas entre 0 e 1cm³. Seca-se o interior do frasco acima do nível do líquido. Coloca-se o frasco em um banho de água e deixa-o por 30 minutos para que entre em equilíbrio térmico com a água, que não deve variar mais que 0,5°C durante o ensaio. Registra-se então a primeira leitura. Toma-se uma massa do material que provoque deslocamento do líquido entre a marcação graduada do tubo e coloca-se o material no frasco com o auxílio de um funil de haste curta, tomando cuidado para que não ocorra aderência do material em sua parede. Em seguida o frasco é tampado; inicia-se um movimento de giro em posição inclinada até que não apareçam bolhas de ar na superfície. Faz-se então, a segunda leitura. A massa específica do material é a massa usada no ensaio, dividido pela diferença entre a segunda leitura e a primeira, uma vez que essa diferença é o volume deslocado de líquido, que é igual ao volume ocupado pelos sólidos (NBR NM 23).

4.3.1.2 Ensaio de Granulometria

A análise granulométrica visa à quantificação da distribuição por tamanho das partículas individuais de minerais do solo. Entende-se por partículas individuais os grãos de minerais individualizados, fragmentos de rocha não alterada ou parcialmente alterada (podendo conter mais de um mineral), concreções, nódulos e materiais similares cimentados, conforme definidos pelo Vocabulário de Ciência do Solo (materiais que não podem ser desagregados senão por aplicação de elevada energia, como pancada com martelo). O procedimento operacional visa à ruptura dos agregados do solo e a individualização dessas partículas, por meio de uma combinação de energia mecânica e química, com a formação de uma suspensão estabilizada, e a quantificação após a separação das frações (TEIXEIRA; DONAGEMMA; FONTANA; TEIXEIRA, 2017).

Neste trabalho foi realizado o ensaio de granulometria por difração a laser, no equipamento Litesizer 500 do laboratório do CETENE Recife-PE.

4.3.1.3 Ensaio de Área Superficial – BET

A área superficial específica é uma das propriedades que exercem efeito significativo nas características adsorptivas de argilas e conseqüentemente sobre seu potencial de aplicação industrial e sua avaliação é de grande importância. Diversos métodos e técnicas têm sido desenvolvidos para determinar a área superficial específica de materiais. A área superficial específica é definida como a razão da área superficial absoluta de um sólido para sua massa expressa em m^2/g ; inclui as superfícies externas das partículas sólidas, bem como todas as porções das superfícies internas acessíveis ao adsorvato, e sua magnitude é influenciada por vários fatores, tais como: densidade, distribuição dimensional do grão, forma das partículas e regularidade da(s) superfície(s) (ACEVEDO; ROCHA; BERTOLINO, 2021).

A área superficial específica dos aluminossilicatos é avaliada normalmente através dos dados fornecidos pelas isotermas de adsorção de nitrogênio (N_2) a 77 K, as quais são obtidas como função da quantidade de N_2 adsorvida em equilíbrio com a sua pressão ou concentração na fase gasosa, a temperatura constante (ISMADJI; SOETAREDJO; AYUCITRA, 2015).

Argilas apresentam valores de superfície específica entre 5 – 200 m^2/g , e argilominerais como caulinita e algumas micas apresentam somente superfícies externas que fornecem valores na faixa de 10-70 m^2/g . Valores entre 750-800 m^2/g são valores máximos calculados para uma montmorilonita “teórica”. As ilitas apresentam valores de superfície específica entre 50-100 m^2/g (ACEVEDO; ROCHA; BERTOLINO, 2021).

Neste trabalho foi utilizado o equipamento ASAP 2420 - Micromeritics do laboratório CETENE Recife-PE para medição da área superficial das amostras. As amostras foram preparadas segundo recomendações prévias do laboratório, sendo secas em estufa, pesadas e armazenadas em recipientes vedados antes do envio para o laboratório.

4.3.1.4 Teste de Reatividade Chapelle Modificado

Uma compreensão da reatividade das matérias-primas utilizadas no processo de síntese geopolimérica é importante, principalmente para determinação das composições para alcançar as propriedades desejadas (ROCHA, 2017).

A reatividade foi testada pelo método de Chapelle modificado (ABNT NBR 15895/2010), ambos realizados no Laboratório de Química da UFPE-CAA. O teste consiste em reagir, por 16 horas a 90°C, 1 g do material pozolânico a ser testado com 2 g de CaO na presença de 250 ml de água. A cal não combinada é então analisada e o resultado é expresso em mg de Ca(OH)₂ fixado por grama do material pozolânico. O índice de atividade pozolânica é, então, encontrado pela equação:

$$I_{Ca(OH)_2} = \frac{28 \cdot (V3 - V2) \cdot Fc}{M2} \cdot 1,32$$

Onde,

$I_{Ca(OH)_2}$ = é o índice de atividade pozolânica;

V3 = é o volume de HCl consumido no ensaio utilizando apenas o CaO;

V2 = é o volume de HCl consumido no ensaio utilizando apenas o CaO;

Fc = é a correção pela titulação do HCl;

M2 = é a massa do material pozolânico.

Seguindo-se o procedimento da ABNT NBR 15895:2010 foram inicialmente preparadas as soluções de alaranjado de metila e de ácido clorídrico padronizada (0,1M) para então preparar as amostras. Inicialmente, pesou-se 1,0000g de cada bentonita e 2,0000g de CaO para cada bentonita. O CaO foi obtido por meio da calcinação de 4,0g de CaCO₃ em cadinho de porcelana a 1000°C por 1 h, esfriado em dessecador, homogeneizado e calcinado por mais 30 minutos e pesado imediatamente após resfriamento em dessecador. Os materiais pesados foram transferidos para um Erlenmeyer de plástico apropriado, com tampa rosqueada. Foram adicionados 250 mL de água isenta

de CO₂ em cada Erlenmeyer juntamente com barras de teflon para a agitação. Os frascos tipo Erlenmeyer foram colocados em banho-maria sob agitação e temperatura constante de 90°C durante 16 h, como mostra a Fotografia 2.

Fotografia 2 - Ensaio Chapelle Modificado para verificação de reatividade das bentonitas in natura, metabentonita 750 e metabentonita 850.



Fonte: A Autora (2023).

Os béqueres utilizados para banho-maria foram vedados com emborrachado látex para evitar a evaporação da água durante as 16 horas de ensaio, e a temperatura também foi monitorada e mantida constante neste tempo, a fim de gerar resultados confiáveis para o ensaio.

Para finalizar o procedimento, após as 16 horas de agitação em banho-maria nas condições citadas, cada Erlenmeyer foi retirado do banho e resfriado em água corrente à temperatura ambiente. Adicionou-se a cada Erlenmeyer 250 mL de solução de sacarose recém preparada e agitado manualmente durante 15 min. Foram filtrados 100 mL de cada solução utilizando-se papel de filtração média pregueado e pipetado 50 mL da solução que foi posteriormente titulada

com a solução de HCl 0,1 M, usando solução de fenolftaleína como indicador. Este procedimento foi realizado para as três bentonitas (*in natura*, metabentonita 750 e metabentonita 850) e o ensaio em branco.

4.3.2 Caracterização Microestrutural

FRX – Fluorescência de Raios-X

A fluorescência de raios X (FRX) foi utilizada para determinar a composição química das amostras em estudo, no equipamento Rigaku PriMini do Laboratório de Química da UFPE-CAA, para o qual as amostras foram secas e peneiradas em peneira específica de malha nº200. Esta técnica foi utilizada para analisar a Bentonita *in natura*, a Metabentonita 750 e a Metabentonita 850.

DRX – Difração de Raios-X

Esta técnica foi utilizada para identificação das substâncias presentes nos materiais estudados e para a elucidação completa de suas estruturas. O ensaio foi realizado no equipamento Rigaku MiniFlex 600, do Laboratório de Química da UFPE-CAA. Para o ensaio, as amostras foram secas e peneiradas em peneira específica de malha nº200.

Neste trabalho foi utilizado o software X'Pert High Score Plus versão 3.0 da Panalytical B.V. que possui as bases de dados COD2016, PDF2-2000 e PDF2-2003 para gerar os gráficos de DRX e realizar análises dos componentes químicos presentes nas amostras, tanto das bentonitas quanto dos geopolímeros que obtiveram o desempenho mecânico mais satisfatório.

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para obter informações sobre a morfologia e composição química dos materiais estudados. Neste trabalho os ensaios de MEV foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais – LACMAT do Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste (CETENE) em Recife-PE, como software Mira 3 Tescan.

As amostras foram preparadas segundo recomendações prévias do laboratório, sendo secas em estufa, pesadas e armazenadas em recipientes vedados antes do envio para o laboratório.

FTIR – Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier

A Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foi utilizada para compreender a estrutura de moléculas individuais e a composição de misturas moleculares. As amostras foram preparadas na forma de pastilhas de KBr e ensaiadas no Espectrofotometro de FTIR Shimadzu Prestige-21 do Laboratório de Química da UFPE-CAA. A análise dos dados foi feita no software OriginLab Pro, no intervalo espectral de 4000 a 400 cm^{-1} .

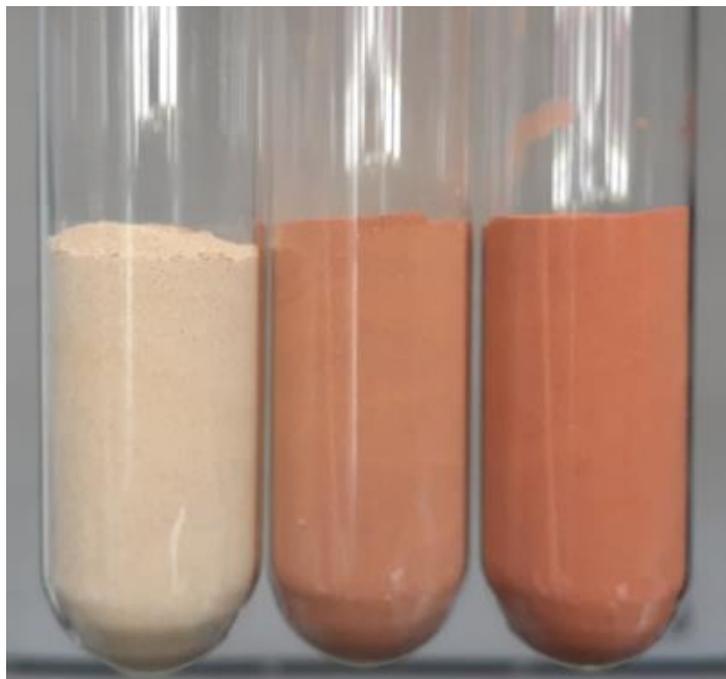
4.3.3 Produção dos Geopolímeros

4.3.3.1 Estudos Preliminares

Algumas análises preliminares foram realizadas a fim de testar o comportamento do material em diversas situações. Como a concentração de sílica e alumina é alta no precursor, não é preciso utilizar fonte complementar dos mesmos já na razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5$. Geopolímeros de bentonita foram preparados a relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5$; $\text{Na}/\text{Si} = 0,22$; $\text{Na}/\text{Al} = 1,00$; $\text{H}_2\text{O}/\text{Na} = 20$ e concentração molar $\text{NaOH} = 8 \text{ mol/L}$.

Bentonita sem tratamento térmico e bentonita tratada termicamente a 750°C e 850°C por 3 horas (metabentonita 750 e metabentonita 850, respectivamente) foram pesadas, e utilizadas na produção dos geopolímeros (Fotografia 3). Uma diferença física pode ser percebida comparando as amostras de bentonita tratada termicamente, com cor avermelhada, e a bentonita sem tratamento térmico de cor bege. Uma solução de NaOH (8M) foi preparada com 24 horas de antecedência, utilizando-se um bloco de gelo para apoio dos béqueres de preparo, para amenizar a alta temperatura da reação, que é exotérmica. O hidróxido foi acondicionado em balão volumétrico tampado e à temperatura ambiente por, no mínimo, 24 horas de antecedência da realização do ensaio.

Fotografia 3 - Da esquerda para a direita: Bentonita in natura, metabentonita 750 e metabentonita 850.



Fonte: A Autora (2023).

4.3.3.2 Síntese do Geopolímero de Bentonita Sem Tratamento Térmico

Para a síntese destes geopolímeros foi utilizada a quantidade de 234,38 gramas de bentonita, 91,95 mL de NaOH (8M) e 118,38 mL de água destilada. Os itens foram misturados manualmente por 11 minutos (o tempo foi determinado pelo acréscimo lento de água até obter uma pasta trabalhável) e a consistência da pasta geopolimérica pode ser observada na Fotografia 4.

Fotografia 4 - Geopolímero preparado com bentonita sem tratamento térmico.

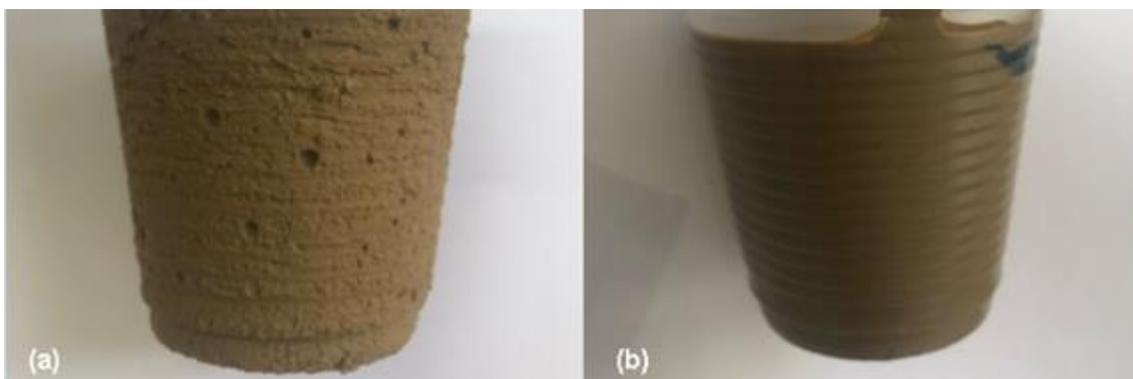


Fonte: A Autora (2023).

Nesses estudos preliminares foram analisados principalmente dois pontos, o primeiro foi o uso da bentonita com ou sem tratamento térmico, o segundo foi o tipo de cura, à temperatura ambiente ou cura aquecida. Para isso, amostras da bentonita *in natura* e metabentonita 750 foram utilizadas para a produção de geopolímero.

Nas amostras com geopolímero de bentonita sem tratamento térmico e com cura a 60°C por 24 h (Fotografia 5.a) observou-se um material denso e firme, pesado, com formação de pequenos poros, porém ainda de consistência pastosa; e com cura à temperatura ambiente (Fotografia 5.b), observou-se um material mole, pastoso, e com formação de poros.

Fotografia 5 - Geopolímeros de bentonita preparados (a) com cura a 60°C; (b) com cura em temperatura ambiente.



Fonte: A Autora (2023).

4.3.3.3 Amostras do Geopolímero com Metabentonita 750

Para as amostras com a bentonita tratada termicamente, foram utilizadas 234,38 gramas de bentonita, 91,95 mL de NaOH e 73,38 mL de água destilada e misturadas até obter-se uma pasta homogênea por 4 minutos (com esse tempo de mistura, a pasta já se mostrou homogênea e trabalhável). A amostra foi dividida para cura ambiente e cura aquecida a 60°C por 24 h.

Na Fotografia 6 a consistência da pasta pode ser observada ao final da mistura, bem como o interior do recipiente, onde é percebido que o material não ficou grudado nas paredes do mesmo.

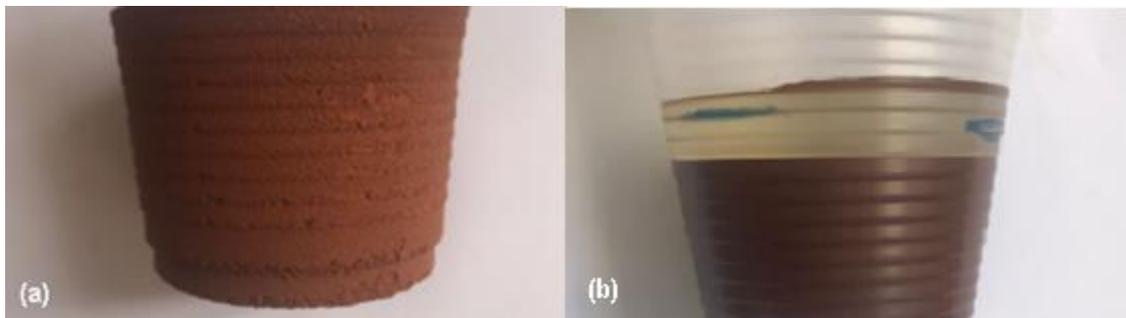
Fotografia 6 - Geopolímero preparado com bentonita tratada termicamente.



Fonte: A Autora (2023).

As amostras de geopolímero com bentonita tratada podem ser vistas na Figura 13. A amostra que teve cura aquecida a 60 °C se mostrou endurecida, com pequenos poros em tamanho regular e aparentemente sem coalescência (Figura 13.a), já a amostra que teve cura a temperatura ambiente se mostrou bem pastosa e com separação de água (Figura 13.b).

Fotografia 7 - Geopolímeros de metabentonita 750 preparados (a) com cura a 60 °C; (b) com cura em temperatura ambiente.



Fonte: A Autora (2023).

De acordo com os resultados preliminares, notou-se a necessidade de realizar um tratamento térmico na bentonita a fim de torná-la reativa para a geopolimerização, e a cura aquecida mostrou ser mais adequada que a cura realizada a temperatura ambiente. Sendo assim, optou-se por analisar a bentonita tratada termicamente em duas temperaturas, sendo elas 750 °C e 850 °C.

4.3.3.4 Moldagem dos Corpos de Prova e Parâmetros Utilizados

Para a moldagem dos corpos de prova foram utilizados moldes artesanais feitos com tubos de PVC e CPVC (tubos de água fria e água quente, respectivamente). O processo de mistura dos componentes foi feito em misturador elétrico Waring Commercial (Figura 14) durante 50 segundos, sendo 15 segundos na velocidade LOW (4000 rpm) e 35 segundos na velocidade HIGH (11000 rpm), de acordo com a API RP 10B (Práticas recomendadas para testagem de cimentos de poços), visto que a bentonita é bastante empregada como lama para a cimentação de poços.

Após inserido o conteúdo no molde, leves batidas eram dadas a fim de deixar sair bolhas existentes e em seguida eram vedados para serem levados para a estufa, pré-aquecida e com a temperatura estabilizada.

A cura aquecida foi realizada em estufa nos corpos de prova cilíndricos de PVC (tubos de PVC para água fria) para os espécimes de até 60 °C e em moldes cilíndricos de CPVC (tubos de CPVC para água quente) para os espécimes curados a 80 °C (Figura 15), todos cortados em um mesmo comprimento de 5 cm e selados com emborrachado látex ou fita plástica para evitar a evaporação da água antes das reações de polimerização.

Fotografia 8 - Misturador elétrico utilizado na pesquisa.



Fonte: A Autora (2023).

Fotografia 9 - Corpos de prova vedados e prontos para a cura aquecida em estufa.



Fonte: A Autora (2023).

Para a síntese geopolimérica foram produzidas metabentonitas pelo aquecimento térmico a 750 °C e 850 °C com patamar de 3 horas e usando razão de aquecimento 5°C/minuto em atmosfera estática. As bentonitas foram nomeadas, respectivamente, metabentonita 750 e metabentonita 850. O forno utilizado foi tipo mufla, marca Jung 45013.

4.3.3.5 Razão Si/Al e Concentração Molar

Neste trabalho, foram utilizadas as razões $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5, 5,0$ e $5,5$ a fim de verificar a influência dessa variação no geopolímero produzido e por serem razões próximas a $4,5$ que é a proporção verificada em que o geopolímero de bentonita não precisa de fonte alternativa de sílica. Para as razões de $5,0$ e $5,5$ foi utilizado o silicato de sódio como fonte alternativa de sílica. Concentrações molares de 8 mol/L , 10 mol/L e 12 mol/L do hidróxido de sódio foram utilizadas para verificar qual melhor concentração cria um meio para uma melhor polimerização.

4.3.3.6 Efeito da Temperatura de Cura

Os geopolímeros foram curados em diferentes temperaturas para investigar qual melhor condição para formação do geopolímero de bentonita. Sabe-se que este é um importante parâmetro para permitir a polimerização. Os trabalhos da literatura reportam que quanto maior a temperatura, maior o grau de polimerização e, portanto, melhor desempenho do produto formado. Neste trabalho, foram realizadas as curas em temperatura ambiente, 60°C e 80°C .

4.3.4 Amostras Confeccionadas para Análise

Foram confeccionados corpos de provas de geopolímero de metabentonita 750 com razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5, 5,0$ e $5,5$ a fim de avaliar a influência dessa variação, com concentrações molares do hidróxido de sódio nos valores 8 molar e 10 molar . As amostras foram curadas a 60°C e 80°C por 24 horas para verificar o efeito destes parâmetros. A Tabela 3 mostra a distribuição de amostras testadas nessas condições.

Tabela 3 - Condições de síntese testadas com a Metabentonita 750.

Razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Concentração	Temperatura de cura	Código da Amostra
4,5	8 M	60°C	GM4,5/8M/60
		80°C	GM4,5/8M/80
	10 M	60°C	GM4,5/10M/60
		80°C	GM4,5/10M/80
5,0	8 M	60°C	GM5/8M/60
		80°C	GM5/8M/80

5,5	10 M	60°C	GM5/10M/60
		80°C	GM5/10M/80
	8 M	60°C	GM5/8M/60
		80°C	GM5/8M/80
	10 M	60°C	GM5,5/10M/60
		80°C	GM5,5/10M/80

Fonte: A Autora (2023).

Com intenção de redução de custos de síntese, nas amostras preparadas a posteriori foi utilizada a metabentonita 750 e a metabentonita 850 apenas na razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5$, na qual não é utilizada fonte complementar de silício. Foram sintetizados geopolímeros de 1 parte e de 2 partes, com cura aquecida a 24 horas, 48 horas e 72 horas em estufa e verificada a resistência compressiva aos 7 e 28 dias. A concentração molar do hidróxido de sódio foi aumentada para 12 M. A Tabela 4 detalha essa segunda etapa de síntese de geopolímeros de bentonita.

Tabela 4 - Condições de síntese para as amostras de geopolímeros com Metabentonitas 750 e 850.

Bentonita	Tipo	Rompimento	Temperatura de Cura	Código da Amostra	
750	1 parte	7 dias	24h	GM750/1P/7D/24H	
			48h	GM750/1P/7D/48H	
			72h	GM750/1P/7D/72H	
	28 dias	28 dias	24h	GM750/1P/28D/24H	
			48h	GM750/1P/28D/48H	
			72h	GM750/1P/28D/72H	
	2 partes	7 dias	7 dias	24h	GM750/2P/7D/24H
				48h	GM750/2P/7D/48H
				72h	GM750/2P/7D/72H
28 dias		28 dias	24h	GM750/2P/28D/24H	
			48h	GM750/2P/28D/48H	
			72h	GM750/2P/28D/72H	
850	1 parte	7 dias	24h	GM850/1P/7D/24H	
			48h	GM850/1P/7D/48H	
			72h	GM850/1P/7D/72H	
	28 dias	28 dias	24h	GM850/1P/28D/24H	
			48h	GM850/1P/28D/48H	
			72h	GM850/1P/28D/72H	
	2 partes	7 dias	7 dias	24h	GM850/2P/7D/24H
				48h	GM850/2P/7D/48H
				72h	GM850/2P/7D/72H
24h				GM850/2P/28D/24H	

		48h	GM850/2P/28D/48H
		72h	GM850/2P/28D/72H

Fonte: A Autora (2023).

Após o período de cura aquecida, todas as amostras foram mantidas em recipientes plásticos fechados para evitar perda de umidade para o ambiente até o dia do rompimento em ensaio de resistência à compressão.

4.3.5 Ensaio de Resistência à Compressão

Resistência de um material é a sua capacidade de resistir a algum tipo de tensão sem rompimento ou deformação excessiva. É uma propriedade inerente ao tipo de material e é determinada por um ensaio específico. O ensaio de resistência à compressão, em especial, é um dos mais usuais para caracterização mecânica de materiais cimentantes (HIBBELER, 2006).

Para verificar o comportamento mecânico, foi realizado teste de compressão axial inicialmente aos 7 dias nas primeiras amostras e aos 7 e 28 dias nas amostras finais, em corpos de prova cilíndricos no tamanho 25 x 50 mm, na prensa manual Solotest 1.509.230 (Fotografia 10) com capacidade útil de 20.000 kgf. (196 kN) e menor divisão de 10 kgf, no Laboratório de Construção Civil na Universidade Federal de Pernambuco, Campus Agreste e na prensa mecânica no Campus Caruaru do Instituto Federal de Pernambuco – IFPE, em uma prensa hidráulica controlada da Shimadzu modelo UH – 2000KNI com capacidade de 2000 kN, e velocidade de carregamento correspondente de 0,50 MPa/s. O motivo de uso de duas prensas foi a necessidade de manutenção/reparo na prensa hidráulica quando já iniciados os ensaios, dessa forma, os mesmos tiveram continuidade na prensa manual.

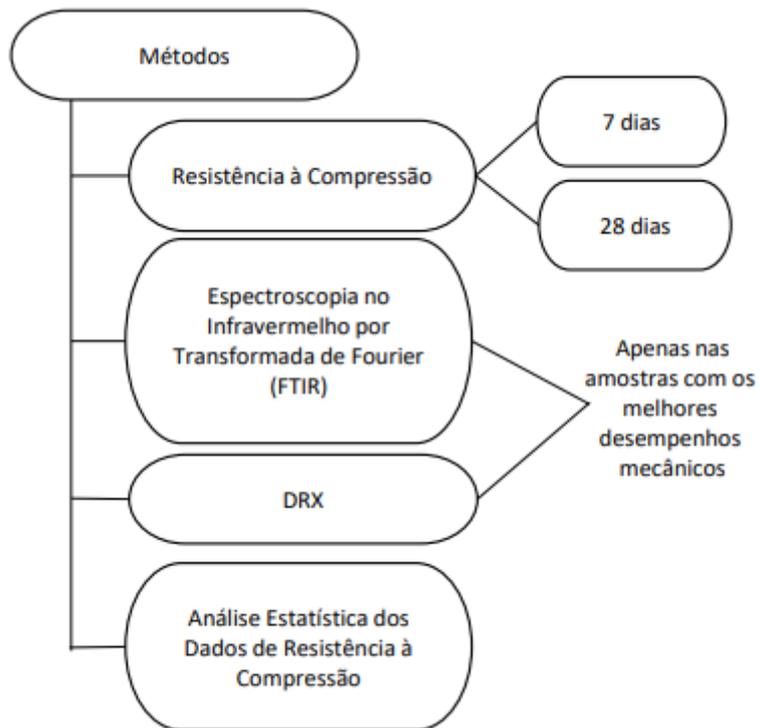
Fotografia 10 - Prensa manual Solotest UFPE-CAA.



Fonte: A Autora (2023).

Para os ensaios de resistência à compressão foram utilizados três corpos de prova cilíndricos de 25 mm x 50 mm em cada condição de síntese, e os dados de resistência submetidos à análise estatística ANOVA, para uma melhor compreensão dos resultados. Nas amostras que obtiveram os maiores valores de resistência foram feitas análises de DRX e FTIR para uma análise mais detalhada da estrutura do geopolímero. O Fluxograma 3 a seguir resume os ensaios realizados.

Fluxograma 3 - Ensaios realizados nos geopolímeros.



Fonte: A Autora (2023).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização dos Materiais

5.1.1 Massa Específica

A massa específica das três bentonitas utilizadas nesse trabalho (bentonita *in natura*, metabentonita 750 e metabentonita 850) foi determinada pelo método de Le Chatelier – NBR NM 23, o qual utiliza o frasco de vidro Le Chatelier, querosene, uma massa conhecida da amostra, termômetro e funis. Na Tabela 5 é possível analisar os resultados do ensaio para os três materiais.

Tabela 5 - Massa específica das Bentonitas utilizadas na pesquisa.

Material	Massa Específica (g/cm³)
Bentonita <i>in natura</i>	2,38
Metabentonita 750	2,53
Metabentonita 850	2,60

Fonte: A Autora (2023).

Observa-se um aumento na massa específica quando a bentonita é submetida a um tratamento térmico a 750 e 850 °C. Esses resultados sugerem que houve ruptura da estrutura cristalina lamelar da bentonita resultando na densificação do material. Esse efeito foi mais pronunciado a 850 °C, sugerindo que nessa temperatura a amostra está mais desorganizada e provavelmente mais reativa para o processo de geopolimerização.

5.1.2 Área Superficial – BET

A área superficial das amostras, determinada pelo método BET (Brunauer, Emmett e Teller) é mostrada na Tabela 6. Observa-se uma redução na área superficial à medida que aumenta a temperatura de queima da Bentonita. As bentonitas são conhecidas por sua capacidade de adsorção devido ao seu arranjo cristalino. O processo de amorfização causado pelo tratamento térmico é confirmado pela grande redução de sua superfície específica observada nos resultados de BET. Isso confirma que o tratamento térmico realizado foi eficiente.

Tabela 6 - Área Superficial da Bentonita *in natura*, Metabentonita 750 e Metabentonita 850.

Material	Área Superficial (m²/g)
Bentonita <i>in natura</i>	13,1088
Metabentonita 750	5,5732
Metabentonita 850	2,0440

Fonte: A Autora (2023).

5.1.3 Granulometria

A análise do tamanho de partículas, que foi realizado por difração a laser, apresentou os resultados mostrados na Tabela 7 para as três bentonitas em estudo.

Tabela 7 - Tamanho de Partículas da Bentonita *in natura*, Metabentonita 750 e Metabentonita 850.

Material	Distribuição do Tamanho de Partículas (µm)	D 50 (µm)	D 90 (µm)
Bentonita <i>in natura</i>	0,204 - 0,306 / 2,143 - 4,098	2,817	3,550
Metabentonita 750	0,586 - 1,318	0,838	1,104
Metabentonita 850	0,00138 - 0,592	0,019	0,054

Fonte: A Autora (2023).

O resultado mostra que há uma pequena variação no tamanho de partículas com o tratamento térmico da bentonita, uma redução desse tamanho comparando a bentonita *in natura* com a bentonita que possui os tratamentos térmicos realizados.

5.1.4 Composição Química

A análise química das Bentonitas utilizadas na pesquisa foi realizada por Fluorescência de Raios-X. Como sendo uma fonte de aluminossilicatos, a bentonita em suas 3 formas apresenta uma porcentagem de sílica (SiO₂) entre 57,13% e 58,78 %, assim como uma porcentagem de alumina (Al₂O₃) entre 21,52% e 22,02% como pode ser observado na Tabela 8, com unidade em % de massa.

Tabela 8 - Resultado das análises de FRX para as Bentonitas utilizadas na pesquisa. Unidade em % de massa.

	Bentonita <i>in natura</i>	Metabentonit a 750	Metabentonit a 850
Na ₂ O	2,88	2,7997	2,2520
MgO	1,95	2,1811	2,0190
Al ₂ O ₃	17,67	21,9728	22,0261
SiO ₂	46,89	58,0266	58,7824
P ₂ O ₅	0,13	0,1166	0,1417
SO ₃	0,09	0,1456	0,1022
Cl	0,63	0,1169	0,0199
K ₂ O	1,02	1,4081	1,4433
CaO	0,63	0,9178	0,8258
TiO ₂	1,12	1,2446	1,2684
Fe ₂ O ₃	9,06	11,0701	11,1191
Umidade	11,24	0	0
Perda ao fogo	6,68	0	0

Fonte: A Autora (2023).

A bentonita utilizada neste trabalho possui características semelhantes à bentonita encontrada no Wyoming, EUA de acordo com a composição química comparada, exceto pela quantidade de ferro presente na bentonita deste trabalho, que é na faixa de 9 a 11%, enquanto a bentonita de ocorrência em Wyoming, EUA apresenta uma faixa de 4,32% (SANTOS, 1928). Nas metabentonitas 750 e 850 a perda ao fogo e umidade foram consideradas nulas devido ao tratamento térmico submetido às mesmas em altas temperaturas.

Os teores de óxidos mais elevados observados foram de SiO₂ e Al₂O₃, sendo em torno de 64,6% do total da composição química mostrada no FRX da bentonita, provavelmente provenientes dos argilominerais e da sílica livre presente na amostra.

Importante destacar que a presença de minerais de ferro com teores variando entre 9 e 11% são típicos de argilas da região da Paraíba de onde vem a bentonita Nercongel utilizada no trabalho, e estão dentro da faixa de teores de Fe₂O₃ encontrados nas argilas da região (SILVA, 2011). Esses teores de minerais de ferro são provenientes do reticulado cristalino da illita e dos argilominerais do grupo da esmectita.

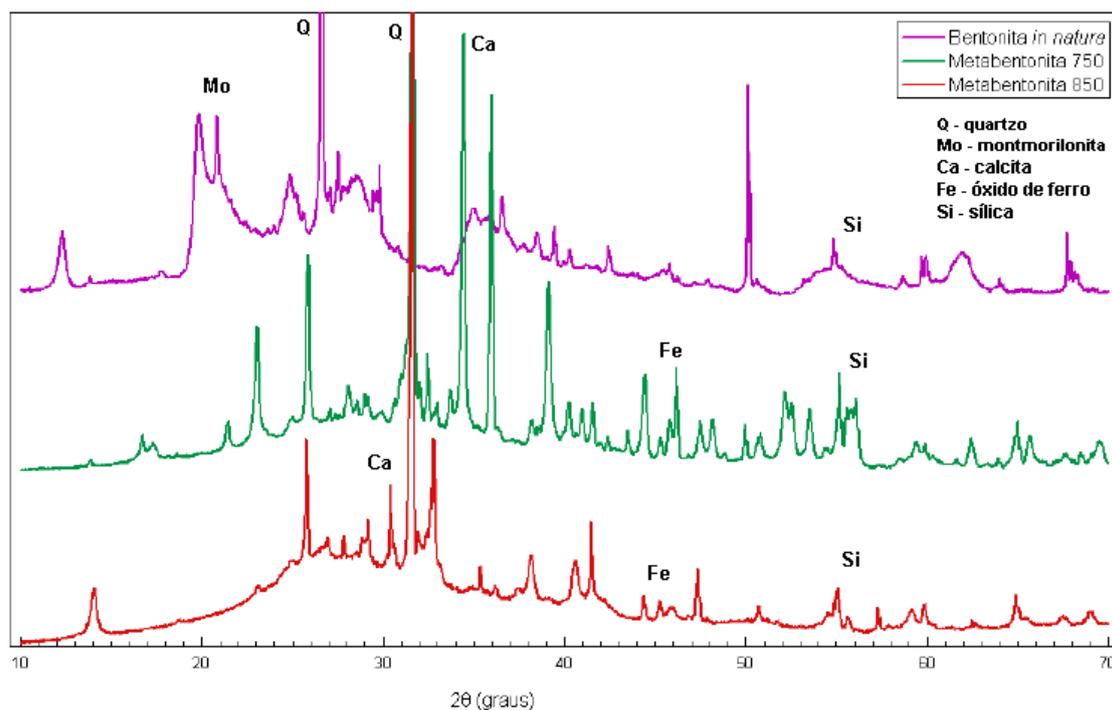
A presença de ferro em geopolímeros é um assunto pouco estudado. Porém, alguns autores citam que sua presença seja importante para reação de geopolimerização (NAZARI; SANJAYAN, 2017). Para precursores ricos em ferro, pode haver uma interação estrutural entre o ferro e a estrutura geopolimérica.

Silva et al. (2023) destacam que autores têm estudado sobre a contribuição do ferro na reação de geopolimerização e apresentam resultados divergentes. Mas na maioria dos casos, os geopolímeros ricos em minerais de ferro apresentaram melhora no desempenho mecânico.

5.1.5 Difração de Raios-X

Os difratogramas do Gráfico 1 indicam as composições minerais das Bentonitas utilizadas na pesquisa.

Gráfico 1 - DRX das Bentonitas utilizadas na pesquisa.



Fonte: A Autora (2023).

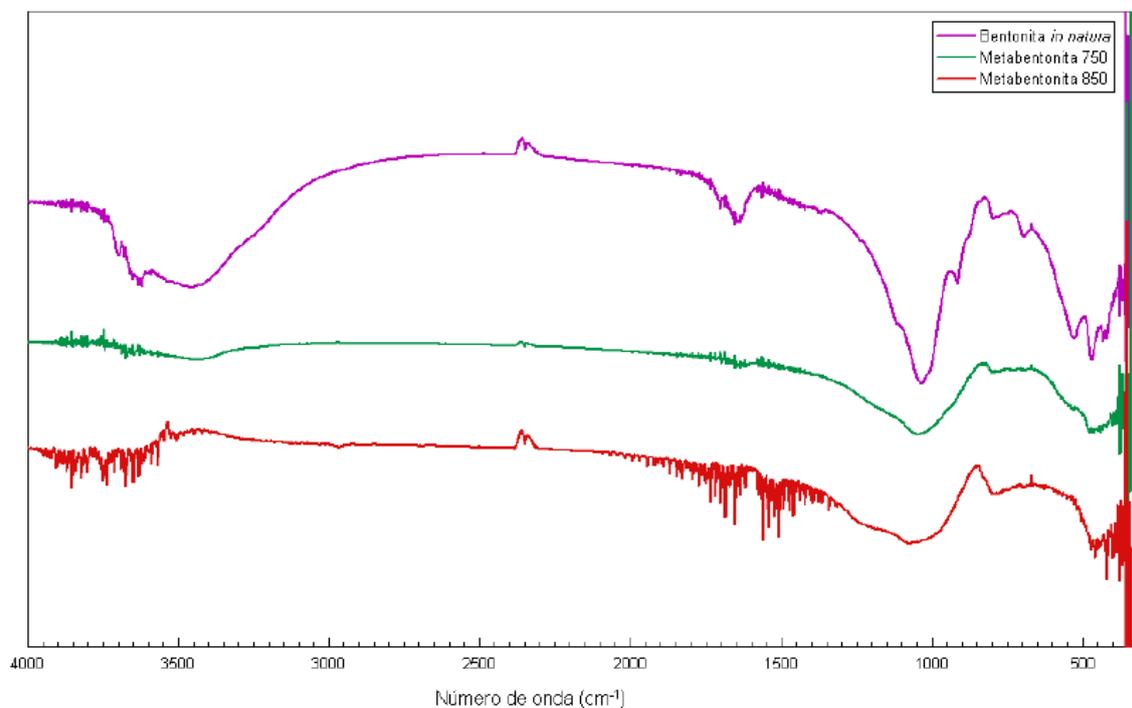
O pico em destaque nos três exemplares em $2\theta = 26,6^\circ$ se refere ao quartzo (SiO_2), observado também nos difratogramas de Silva (2011), porém no presente trabalho aparecem em maior intensidade. O alto teor de quartzo deve-se provavelmente à forma de extração da argila e aos resíduos de quartzo existentes.

Um halo amorfo entre $2\theta = 20^\circ$ e 30° é observado nas bentonitas tratadas termicamente, e mostra que o material usado como precursor geopolimérico está na forma reativa, e desta forma adequado para a produção de geopolímeros (DUXSON et al., 2007; PROVIS e VAN DEVENTER, 2009).

5.1.6 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

O Gráfico 2 apresenta as bandas de absorção no infravermelho das bentonitas utilizadas nesse estudo.

Gráfico 2 - FTIR da Bentonita *in natura*, Metabentonita 750 e Metabentonita 850.



Fonte: A Autora (2023).

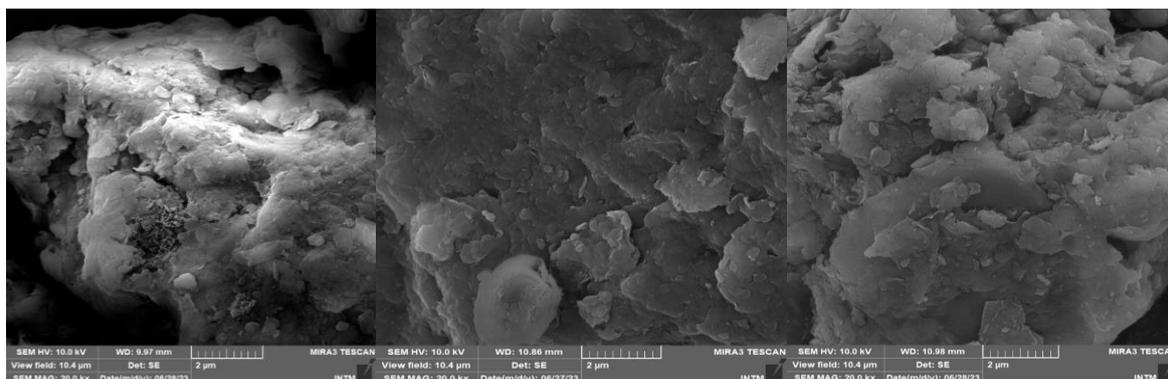
No gráfico FTIR da Bentonita *in natura* é possível observar, a 3422 cm^{-1} , a banda característica da presença de hidroxilas, em acordo com os resultados encontrados por Silva (2011), banda essa que não é observada nos gráficos das Metabentonitas 750 e 850, devido à ocorrência da desidroxilação da argila durante o tratamento térmico. A 1063 cm^{-1} está presente nos gráficos a banda característica das ligações Si-O-Si, o que apenas vem a confirmar que as amostras tratam-se de argilas bentonitas, fato que também está de acordo com os resultados encontrados por Silva (2011). Os gráficos FTIR das

metabentonitas 750 e 850 apresentam espectros semelhantes, com a redução e/ou desaparecimento das bandas de absorção características das ligações presentes na forma bentonita.

5.1.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia das argilas estudadas no presente trabalho pode ser vista na Fotografia 11.(a) Bentonita *in natura*, 11.(b) Metabentonita 750 e 11.(c) Metabentonita 850, respectivamente.

Fotografia 11 - Microscopias da Bentonita *in natura* (a), Metabentonita 750 (b) e Metabentonita 850 (c).



(a)

(b)

(c)

Fonte: A Autora (2023).

Ao observar as micrografias anteriores, foi possível verificar as lamelas características da argila, formando uma morfologia irregular, com contornos bem definidos e dimensões variáveis. É possível observar também que na Bentonita *in natura* as partículas lamelares estão bem agrupadas, formando uma superfície mais uniforme, e ainda assim é possível observar as estruturas lamelares que formam o todo.

Uma pequena mudança é percebida na micrografia da Metabentonita 750, que mostra as partículas lamelares mais definidas e mais soltas, percepção que se acentua quando é observada a micrografia da Metabentonita 850, que mostra o particulado lamelar mais solto, provavelmente mostrando que com o aumento da temperatura há uma maior quebra da conexão entre as estruturas.

5.1.8 Reatividade das Bentonitas

No teste de Chapelle modificado, as três bentonitas em estudo neste trabalho foram submetidas ao procedimento para verificação da reatividade das mesmas.

Os resultados obtidos, com um fator $F_c = 1,004$, estão mostrados na Tabela 9, onde o índice de atividade pozolânica obtido no ensaio corresponde ao teor de hidróxido de cálcio fixado, em miligramas de Ca(OH)_2 por grama de bentonita. Todas as amostras apresentaram baixos valores de índice de atividade pozolânica, não alcançando valores que classificam um material como pozolânico por este método. O tratamento térmico resultou na desidroxilação do material, o que deveria ter disponibilizado sílica e alumina para a reação. No entanto, segundo este método a pozolanicidade foi menor quando o material foi tratado termicamente. É provável que o método não seja adequado para afirmar se as amostras tratadas termicamente não serão reativas para uso em reações de geopolimerização, nas quais o pH fortemente alcalino poderá aumentar a disponibilidade de sílica e alumina, uma vez que a estrutura cristalina está menos ordenada.

Tabela 9 - Índice de atividade pozolânica Chapelle dado em mg de Ca(OH)_2 fixado por grama de bentonita.

Material	I Ca(OH)_2
Bentonita in natura	526,93
Metabentonita 750	456,43
Metabentonita 850	346,96

Fonte: A Autora (2023).

O consumo de hidróxido de cálcio neste teste é indicativo do poder adsorvente das argilas bentoníticas, que é reduzido por perda do arranjo estrutural causado nos tratamentos térmicos. Assim, este teste neste trabalho traz uma indicação da qualidade do processo de amorfização e não de atividade pozolânica propriamente dita. No entanto, pode ser sugestivo de um material mais disponível para participar de processos de geopolimerização.

5.2 Produção dos Geopolímeros

5.2.1 Resistência à Compressão

Na primeira parte dos ensaios, em que foram testadas três razões $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, duas razões molares do hidróxido de sódio e duas temperaturas de cura por 24h utilizando a metabentonita 750, os resultados de resistência à compressão aos 7 dias obtidos pelo valor médio de 3 amostras de cada estão apresentados na Tabela 10.

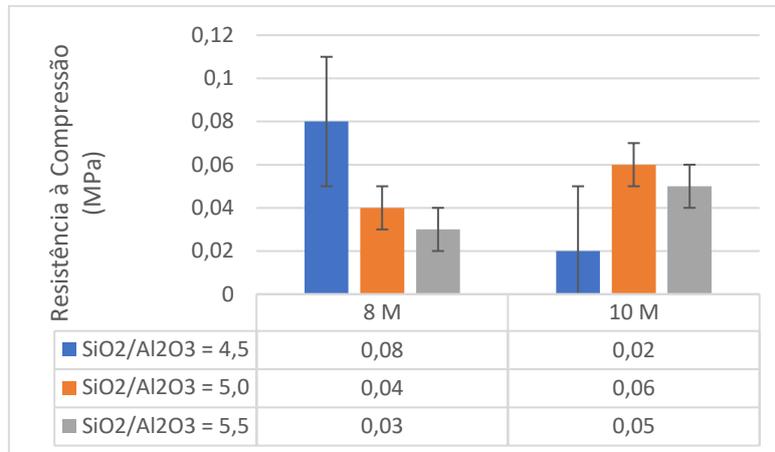
Tabela 10 - Valores de resistência à compressão do primeiro grupo de amostras analisado.

Razão Si/Al	Concentração	Temperatura de cura	Código da Amostra	Resistência média à Compressão (MPa)	
4,5	8 M	60°C	GM4,5/8M/60	0,08	
		80°C	GM4,5/8M/80	0,91	
	10 M	60°C	GM4,5/10M/6	0	0,02
			GM4,5/10M/8	0	0,46
		80°C	GM5/8M/60	0,04	
			GM5/8M/80	0,07	
5,0	8 M	60°C	GM5/8M/60	0,04	
		80°C	GM5/8M/80	0,07	
	10 M	60°C	GM5/10M/60	0,06	
		80°C	GM5/10M/80	0,01	
5,5	8 M	60°C	GM5/8M/60	0,03	
		80°C	GM5/8M/80	0,02	
	10 M	60°C	GM5,5/10M/6	0	0,05
			GM5,5/10M/8	0	0,05
		80°C	GM5,5/10M/6	0	0,05
			GM5,5/10M/8	0	0,05

Fonte: A Autora (2023).

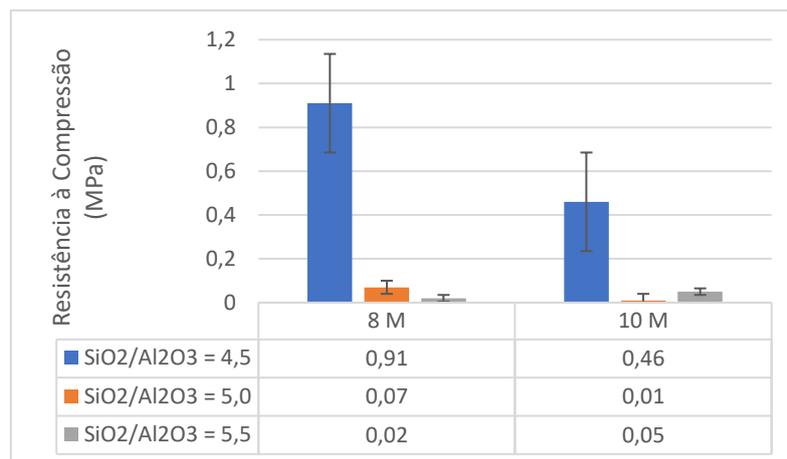
Analisando graficamente a influência da variação de cada condição (razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, molaridade do hidróxido de sódio e temperatura de cura), é possível observar como cada fator interfere na resistência à compressão do geopolímero final. O gráfico 3 mostra os resultados dos geopolímeros de cura a 60°C, enquanto o gráfico 4 mostra os resultados dos geopolímeros curados a 80°C.

Gráfico 3 - Resistência à compressão das amostras curadas a 60°C.



Fonte: A Autora (2023).

Gráfico 4 - Resistência à compressão das amostras curadas a 80°C.



Fonte: A Autora (2023).

De maneira geral, todos os resultados de resistência mecânica foram muito baixos e sugerindo que a alcalinidade pode não ter sido suficiente ou mesmo a temperatura de cura para que a geopolimerização resultasse em geopolímeros com bom desempenho. Assim, foi fixada a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,5$, temperatura de cura 80°C e molaridade do hidróxido de sódio 12 M, para verificar a influência dos seguintes fatores na produção dos geopolímeros: influência do tratamento térmico em duas temperaturas de queima (750°C e 850°C), tipo de síntese do geopolímero (1 ou 2 partes), tempo de rompimento das amostras (7 e 28 dias) e tempo de cura (24, 48 e 72 horas). O quadro 1 a seguir mostra todos os resultados obtidos. Igualmente à situação anterior, o valor de resistência de cada tipo de amostra foi obtido do valor médio de três amostras.

Uma análise de variância foi realizada para investigar diferenças significativas entre as médias encontradas no estudo e determinação da influência de cada componente na resistência mecânica. A Tabela 11 refere-se aos resultados obtidos da análise de variância, por meio da ANOVA, onde foi adotado um coeficiente de correlação de 95%.

Tabela 11 - Análise de variância da resistência mecânica com os geopolímeros de Metabentonita 750.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	0,28395	2	0,141975	2,510116884	0,136048151	4,256495
Dentro dos grupos	0,50905	9	0,056561111			
Total	0,793	11				

Fonte: A Autora (2023).

Onde: SQ = soma dos quadrados; gl = graus de liberdade; MQ = médias quadráticas; F = teste de Fischer; R² = coeficiente de determinação.

Pela análise dos resultados da ANOVA, pode-se concluir que F_{calculado} é menor do que o F_{crítico}, (2,51 < 4,25), sendo assim dizemos que existem evidências estatísticas em que é aceita a hipótese de que as médias sejam iguais, o que significa que a variação da razão sílica/alumina não está influenciando significativamente nos resultados de resistência à compressão.

Quadro 1 - Valores de resistência à compressão do segundo grupo de amostras.

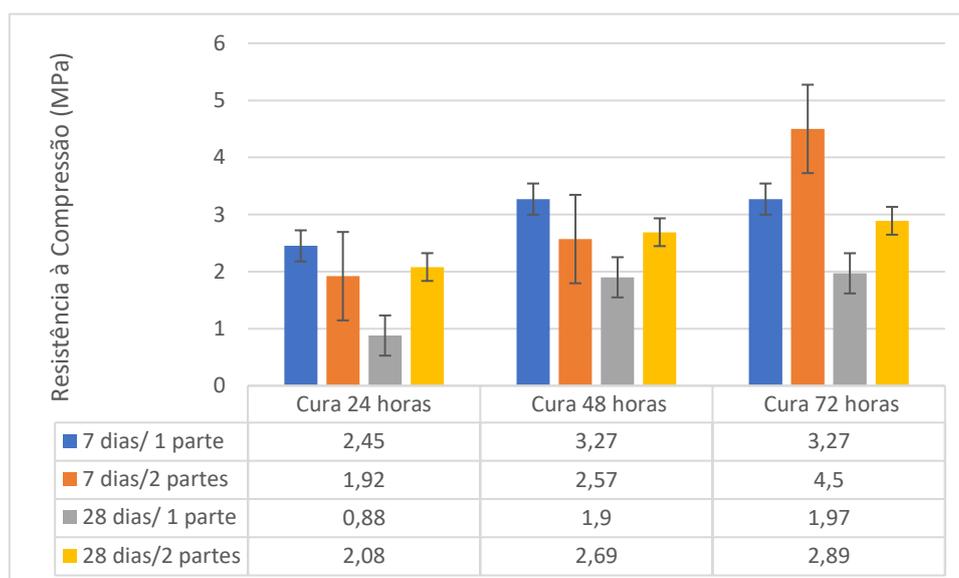
Bentonita	Tipo	Rompimento	Temperatura de Cura	Código da Amostra	Resistência Média à Compressão (MPa)
750	1 parte	7 dias	24h	GM750/1P/7D/24H	2,45
			48h	GM750/1P/7D/48H	3,27
			72h	GM750/1P/7D/72H	3,27
		28 dias	24h	GM750/1P/28D/24H	0,88
			48h	GM750/1P/28D/48H	1,9
			72h	GM750/1P/28D/72H	1,97
	2 partes	7 dias	24h	GM750/2P/7D/24H	1,92
			48h	GM750/2P/7D/48H	2,57
			72h	GM750/2P/7D/72H	4,5
		28 dias	24h	GM750/2P/28D/24H	2,08
			48h	GM750/2P/28D/48H	2,69

			72h	GM750/2P/28D/72H	2,89
850	1 parte	7 dias	24h	GM850/1P/7D/24H	1,97
			48h	GM850/1P/7D/48H	5,17
			72h	GM850/1P/7D/72H	6,05
	28 dias	24h	GM850/1P/28D/24H	1,02	
		48h	GM850/1P/28D/48H	5,03	
		72h	GM850/1P/28D/72H	4,63	
	2 partes	7 dias	24h	GM850/2P/7D/24H	1,1
			48h	GM850/2P/7D/48H	3,99
			72h	GM850/2P/7D/72H	4,49
		28 dias	24h	GM850/2P/28D/24H	1,09
48h			GM850/2P/28D/48H	3,13	
72h			GM850/2P/28D/72H	4,35	

Fonte: A Autora (2023).

Para analisar a influência de cada fator que está variando na síntese geopolimérica, os dados obtidos foram separados em gráficos para um melhor entendimento. No Gráfico 5 é possível analisar e comparar os resultados obtidos nos geopolímeros de metabentonita 750, enquanto o Gráfico 6 mostra os resultados obtidos com os geopolímeros de metabentonita 850. É importante ressaltar que as superfícies dos corpos de prova foram planificadas por meio de lixamento para que ficasse mais planas possíveis e não ocorresse interferência nos valores de resistência à compressão durante o rompimento dos espécimes.

Gráfico 5 - Valores de Resistência à Compressão dos Geopolímeros de Metabentonita 750.



Fonte: A Autora (2023).

Nos resultados dos geopolímeros de metabentonita 750 é possível observar que os maiores valores de resistência à compressão foram obtidos com as curas aquecidas a 80°C durante as temperaturas de 48 horas e 72 horas, e nas amostras que foram rompidas em 7 dias. Com relação ao tipo de síntese, observou-se uma regularidade nos resultados dos geopolímeros rompidos em 28 dias, que apresentaram maior resistência nas amostras sintetizadas em 2 partes. Nos geopolímeros de 1 parte houve uma queda na resistência aos 28 dias em comparação à resistência aos 7 dias, resultado certamente justificado pelo excesso de álcali por migração de material branco observado nas amostras, que levou a esse declínio nos valores.

A Tabela 12 mostra a análise de variância para os valores médios de resistência à compressão das amostras sintetizadas com a Metabentonita 750.

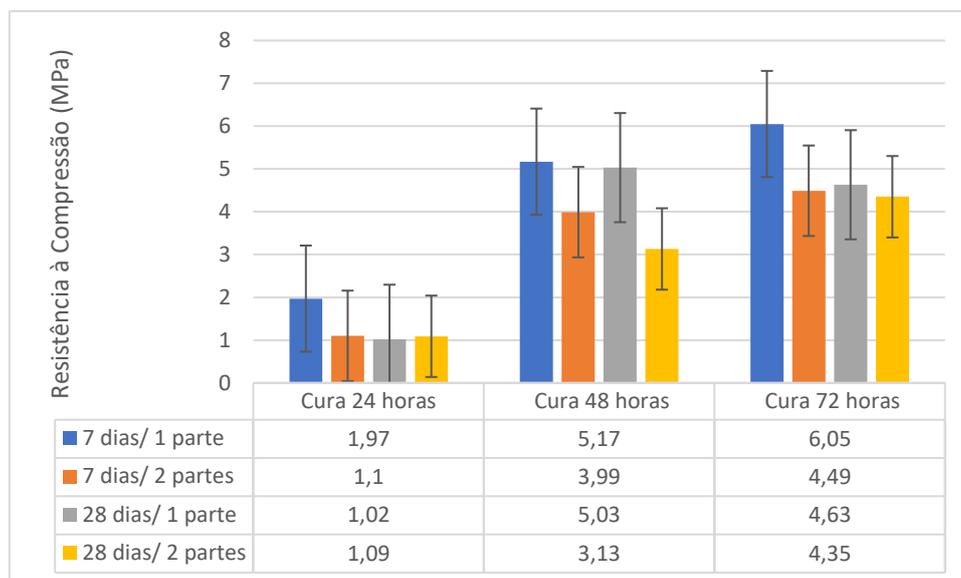
Tabela 12 - Análise de variância da resistência mecânica com os geopolímeros de Metabentonita 750 de 1 e 2 partes.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	3,996758333	3	1,332253	2,069492089	0,182747836	4,066180551
Dentro dos grupos	5,150066667	8	0,643758			
Total	9,146825	11				

Fonte: A Autora (2023).

Pela análise dos resultados da ANOVA, pode-se concluir que $F_{calculado}$ é menor do que o $F_{crítico}$, ($2,069 < 4,066$), sendo assim dizemos que existem evidências estatísticas em que é aceita a hipótese de que as médias sejam iguais, o que significa que as variações testadas não estão influenciando significativamente nos resultados de resistência à compressão para a Metabentonita 750.

Gráfico 6 - Valores de Resistência à Compressão dos Geopolímeros de Metabentonita 850.



Fonte: A Autora (2023).

Analisando os resultados obtidos com os geopolímeros de metabentonita 850, é possível verificar, assim como nos geopolímeros de metabentonita 750, que os maiores valores de resistência à compressão obtidos foram nas amostras que tiveram cura aquecida a 80°C por 48 e 72 horas, e principalmente nas amostras curadas por 72 horas. Mostrando que o aquecimento por mais tempo contribuiu para uma melhora no ganho de resistência.

É possível também observar que os geopolímeros de 1 parte obtiveram valores de resistência à compressão maiores que os de 2 partes, porém, levando em consideração os desvios-padrões, pode-se considerar uma certa igualdade entre os valores das amostras. As amostras rompidas em 7 dias de cura apresentaram um valor mais alto de resistência, fato este último que também foi observado nos espécimes de metabentonita 750.

A Tabela 13 mostra a análise de variância para os valores médios de resistência à compressão das amostras sintetizadas com a Metabentonita 850.

Tabela 13 - Análise de variância da resistência mecânica com os geopolímeros de Metabentonita 850 de 1 e 2 partes.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	3,820067	3	1,273355556	0,32435018	0,807951436	4,066180551

Dentro dos grupos	31,40693	8	3,925866667
Total	35,227	11	

Fonte: A Autora (2023).

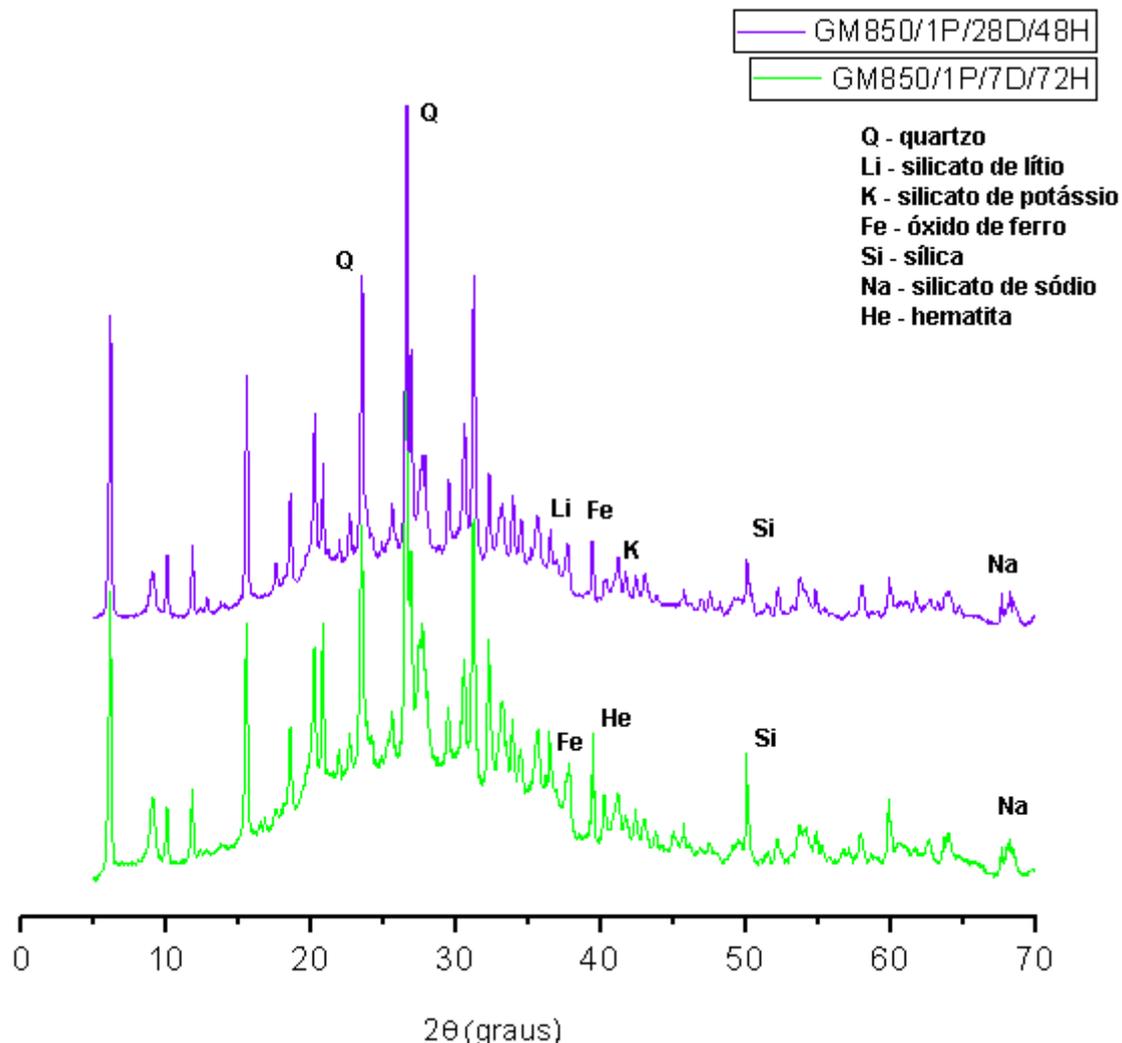
Pela análise dos resultados da ANOVA, pode-se concluir que $F_{\text{calculado}}$ é menor do que o $F_{\text{crítico}}$, ($0,32 < 4,066$), sendo assim dizemos que existem evidências estatísticas em que é aceita a hipótese de que as médias sejam iguais, o que significa que no geral as variações testadas não estão influenciando significativamente nos resultados de resistência à compressão para a Metabentonita 850, mesmo sendo observável uma diferença nos resultados das amostras curadas a 72 h, para a análise estatística é considerado que não há diferenças significativas.

5.2.2 Difração de Raios-X (DRX)

Os difratogramas das duas amostras analisadas (GM850/1P/28D/48H e GM850/1P/7D/72H) são mostrados no Gráfico 7, onde podem ser observados os picos presentes no precursor, que foram mantidos, o que significa que para a razão molar 4,5, na verdade houve produção incompleta de geopolímero com essa proporção, o que pode explicar os ainda baixos valores de resistência à compressão quando comparados com geopolímeros sintetizados com metacaulim, por exemplo, e pode ser analisada a necessidade de combinar metabentonita com outro precursor mais reativo.

É percebida ainda, no Gráfico da amostra GM850/1P/28D/48H, a presença de novos picos em relação ao precursor, como os picos de silicato de potássio e lítio, podendo ser atribuídas a estas fases o desempenho alcançado e, portanto, a não completa formação de geopolímero, apesar da ativação térmica, elevada alcalinidade e cura aquecida.

Gráfico 7 - Difratogramas das amostras GM850/1P/28D/48H e GM850/1P/7D/72H.



Fonte: A Autora (2023).

O Gráfico da amostra GM850/1P/7D/72H mostra picos que estavam presentes no precursor, como os picos de óxido de silício e silicato de sódio, cálcio e alumínio, e novos picos como os de silicato de sódio e potássio e hematita-*proto*. O quartzo sempre se mostrou presente, desde os precursores aos geopolímeros.

Tais observações sugerem, assim como para o geopolímero anterior, que para a razão molar 4,5, na verdade não foi produzido geopolímero satisfatoriamente com essa proporção e pode ser analisada a necessidade de combinar metabentonita com outro precursor mais reativo para resultados mais promissores. Os valores de resistência à compressão devem-se às novas fases que surgiram na reação, apesar da não completa formação de geopolímero.

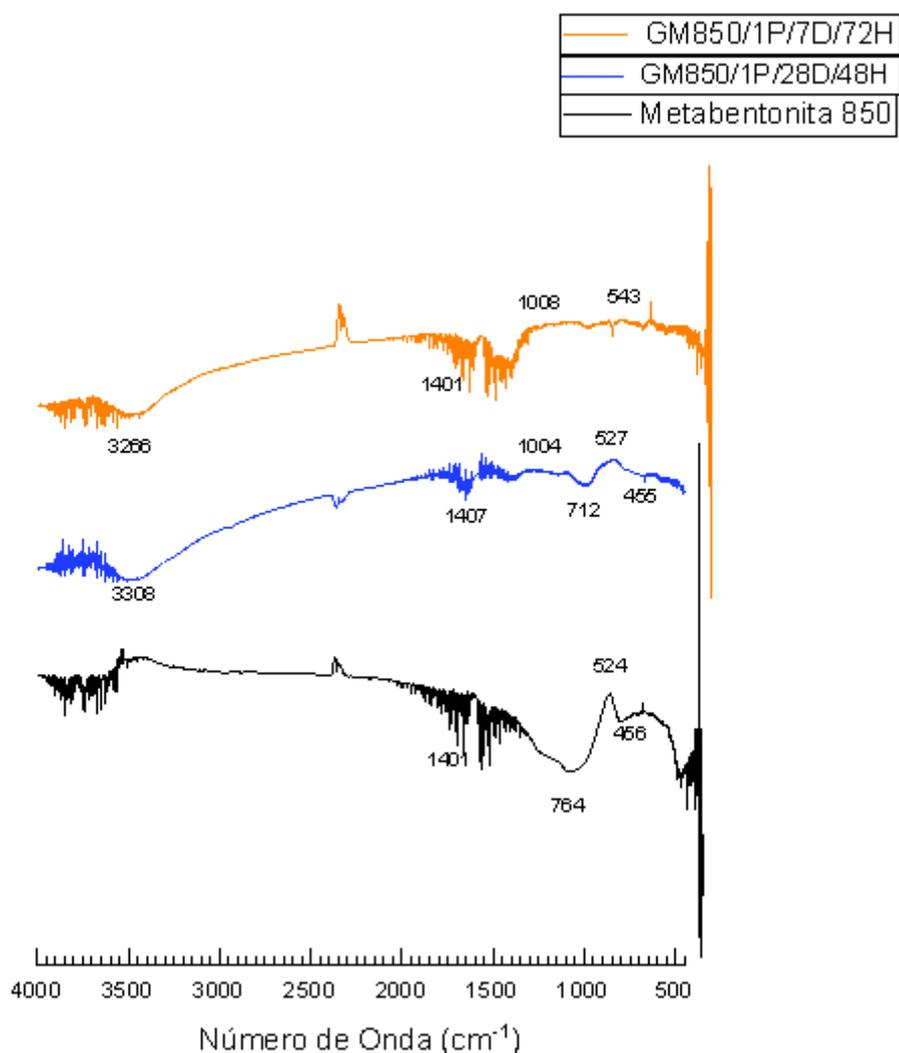
5.2.3 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

As espectroscopias das duas amostras (GM850/1P/28D/48H e GM850/1P/7D/72H) são mostradas no gráfico 8. As bandas entre 3800 cm^{-1} e 3450 cm^{-1} são atribuídas às vibrações O-H e as bandas entre 1650 cm^{-1} e 1630 cm^{-1} são atribuídas às vibrações H-O-H. Estas bandas indicam a presença de ligações fracas de moléculas de H_2O que são absorvidas na superfície ou estão presas nas cavidades da estrutura geopolimérica (LIMA, 2018).

O pico encontrado em 764 na Metabentonita 850 foi deslocado para número menor na amostra GM850/1P/28D/48H e quase desapareceu na amostra GM850/1P/7D/72H. Este deslocamento pode estar relacionado com a formação do gel de aluminossilicatos e a formação de uma estrutura tridimensional envolvendo o silício e o alumínio tetraédricos. Indicando uma possível formação do gel neste grupo de amostras (LIMA, 2018), porém o quase desaparecimento do pico pode indicar um grau muito fraco de geopolimerização.

A redução do pico na posição $460 - 470\text{ cm}^{-1}$, presente na Metabentonita, indica a dissolução das espécies Si-O-Si e O-Si-O para a formação das ligações próprias da estrutura do geopolímero (NAZARI; SANJAYAN, 2017).

Gráfico 8 - FTIR das amostras de geopolímero com maior valor de resistência à compressão e da Metabentonita 850.



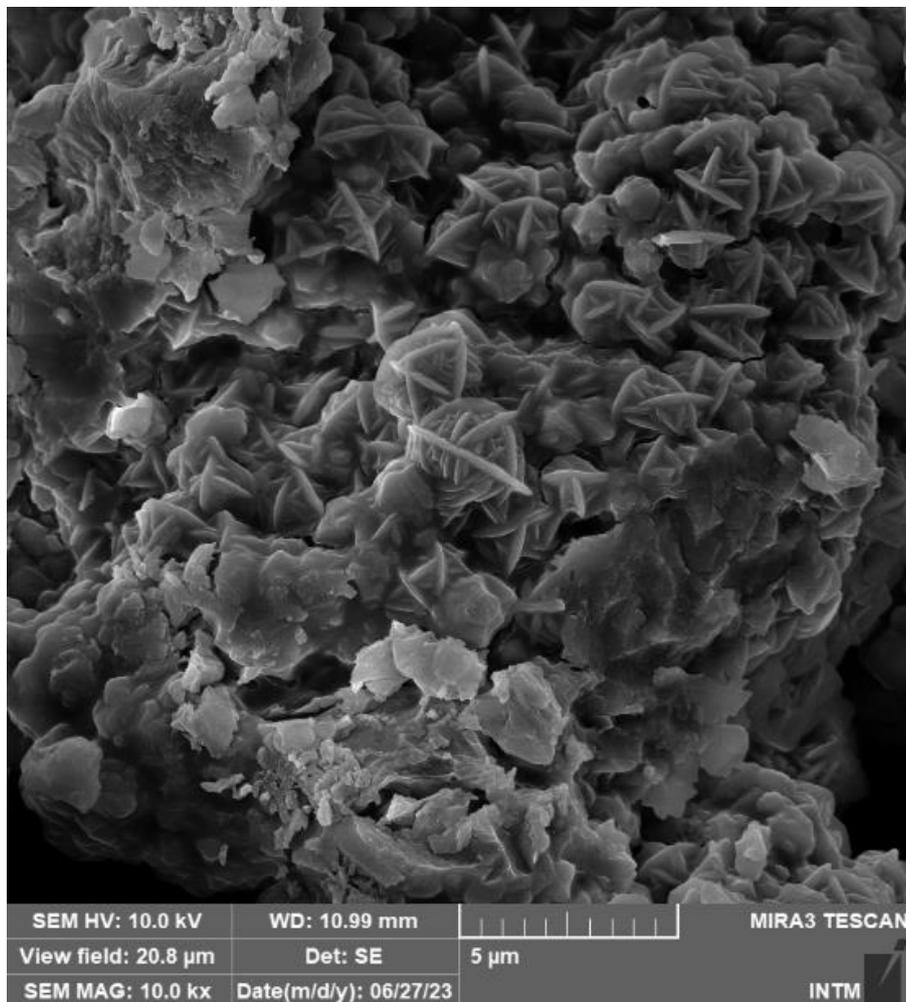
Fonte: A Autora (2023).

5.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias das duas amostras de geopolímeros (GM850/1P/28D/48H e GM850/1P/7D/72H) estão mostradas nas Fotografias 12 e 13. As imagens obtidas dos geopolímeros de melhor desempenho mecânico

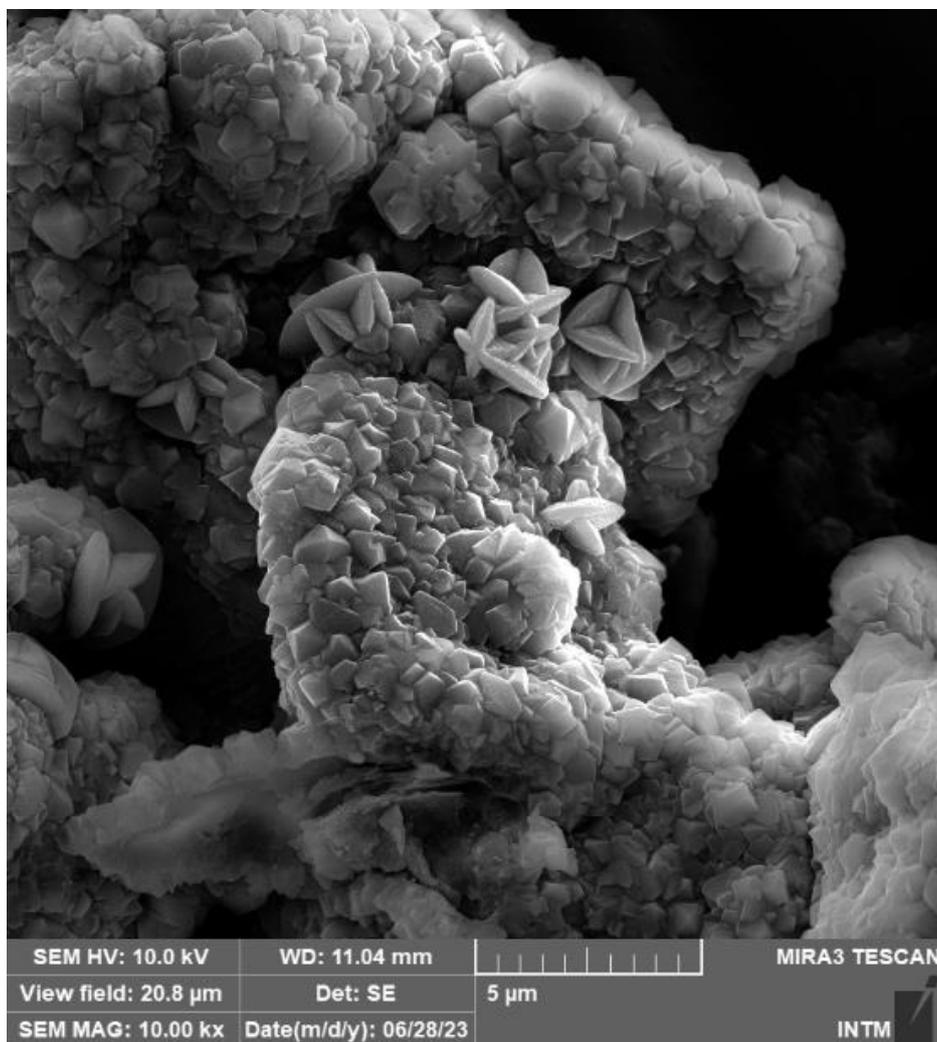
mostram que houve formação de material cristalino em meio a uma matriz mais coesa. Provavelmente associada a composição observada na análise de DRX que mostra material multifásico.

Fotografia 12 - Microscopia da amostra GM850/1P/7D/72H.



Fonte: A Autora (2023).

Fotografia 13 - Microscopia da amostra GM850/1P/28D/48H.



Fonte: A Autora (2023).

Foi observado nestes dois geopolímeros uma semelhança no desempenho mecânico, onde a amostra GM850/1P/7D/72H obteve 6,05 MPa de resistência mecânica, e a amostra GM850/1P/28D/48H obteve 5,03 MPa, que são valores bem próximos. O que pode ser relacionado também com a semelhança visual percebida nas imagens, que mostram estruturas compactas, responsáveis pelos valores de resistência obtidos nestas amostras.

6 CONCLUSÕES

Os resultados desta pesquisa indicam uma possibilidade da produção de geopolímeros a partir das Metabentonitas 750 e 850, principalmente da Metabentonita 850. As análises químicas e microestruturais das Metabentonitas mostraram que as mesmas têm características propícias e favoráveis para serem utilizadas como precursoras geopoliméricas, porém, o grau de geopolimerização não tão satisfatório obtido nas amostras estudadas é indicativo da necessidade de se aliar as Metabentonitas com outro precursor, a fim de melhorar os resultados e ocorrer completa geopolimerização, o que não ocorreu.

Os tratamentos térmicos se mostraram necessários na ativação da Bentonita, pois o uso da Bentonita não desidroxilada leva ao inchamento da mistura, o que reforça o uso da Bentonita *in natura* apenas para produção de geopolímeros porosos e em baixas concentrações, conforme os autores Zhang et al. (2021) e Yang et al. (2020) sugeriram em suas pesquisas.

Das razões sílica/alumina testadas com a Metabentonita 750, a que mostrou resultados mais satisfatórios foi a razão 4,5, e sob a temperatura de cura de 80°C, condições que foram selecionadas para a segunda parte da pesquisa. As alcalinidades 8 e 10 molar das misturas testadas inicialmente com a Metabentonita 750 não produziram diferenças significativas nos resultados dos geopolímeros, sendo aumentada para 12 molar na segunda etapa de experimentos, parecendo ser fator favorável ao processo, devido aos resultados melhorados obtidos.

Na segunda etapa de síntese das amostras com Metabentonita 750 e Metabentonita 850, foi observado que a síntese em 2 partes foi mais favorável aos geopolímeros produzidos com a Metabentonita 750, enquanto a síntese em 1 parte foi mais favorável aos geopolímeros produzidos com Metabentonita 850. Com relação ao tempo de cura aquecida, os melhores resultados foram obtidos com as amostras curadas por 72 horas em estufa, a 80°C.

De acordo com os resultados do teste de reatividade Chapelle modificado, foi possível observar que as condições que geraram um geopolímero puramente de Metabentonita com maior resistência à compressão, de 6,05 MPa, foram utilizando a Metabentonita 850, com síntese em 1 parte e cura aquecida a 80 °C por 72 horas.

É importante ressaltar que todas as condições de síntese foram controladas com rigor, a fim de obter resultados confiáveis e precisos. Para estudos futuros com estes mesmos materiais é interessante que sejam verificadas adições e/ou combinações de outros precursores a fim de gerar resultados mais satisfatórios.

REFERÊNCIAS

ABDOLLAHNEJAD, Z.; PACHECO-TORGAL, F.; FÉLIX, T.; TAHRI, W.; AGUIAR, J. Barroso. Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 80, p. 18-30, abr. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.063>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061815000884?via%3Dihub>. Acesso em: 05 out. 2020.

ACEVEDO, Nancy Isabel Alvarez; ROCHA, Marisa Cristina Guimarães; BERTOLINO, Luiz Carlos. Determinação da área superficial específica e da porosidade de duas amostras de argilas provenientes da bacia de Taubaté- São Paulo / Determination of specific surface area and porosity of two clays originated from Taubaté- Basin – São Paulo. **Brazilian Applied Science Review**, Curitiba, v. 5, n. 1, p. 39-57, 2021. Brazilian Applied Science Review. <http://dx.doi.org/10.34115/basrv5n1-004>.

APOLONIO, P. H. Produção de Geopolímeros Usando Cinza de Casca de Arroz como Fonte Complementar de Sílica. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, UFPE, Caruaru. Disponível em: <https://www.ufpe.br/documents/39810/1355139/priscila.pdf/fac55d89-db24-46cf-be30-9516553ca4e0>. Acesso em: 15 ago. 2021.

ARIFFIN, Nurliyana *et al.* Effect of Aluminium Powder on Kaolin-Based Geopolymer Characteristic and Removal of Cu²⁺. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 4, p. 814-814, 8 fev. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14040814>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm-nih.ez16.periodicos.capes.gov.br/pmc/articles/PMC7916094/>. Acesso em: 18 jun. 2021.

BAI, Bing *et al.* A high-strength red mud–fly ash geopolymer and the implications of curing temperature. **Powder Technology**, [S.L.], v. 416, p. 118242, fev. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2023.118242>. Disponível em: <https://www-sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0032591023000268?via%3Dihub>. Acesso em: 15 ago. 2023.

BAI, Chengying; COLOMBO, Paolo. Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: a review. **Ceramics International**, [S.L.], v. 44, n. 14, p. 16103-16118, out. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.219>. Disponível em: <https://www-sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0272884218313610?via%3Dihub>. Acesso em: 18 set. 2021.

Bentonite." *Britannica Academic*, Encyclopædia Britannica, 1 Sep. 2009. Disponível em: academic-eb-britannica.ez16.periodicos.capes.gov.br/levels/collegiate/article/bentonite/78676. Acesso em: 13 Jul. 2021.

BRUS, Jiri; ABBRENT, Sabina; KOBERA, Libor; URBANOVA, Martina; CUBA, Pavel. **Advances in 27Al MAS NMR Studies of Geopolymers. Annual Reports On Nmr Spectroscopy**, [S.L.], p. 79-147, 2016. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/bs.arnmr.2015.11.001>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S006641031500054X#s0085>. Acesso em: 23 fev. 2021.

CALLEGARO, Renata. **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGILA ORGANOFÍLICA A PARTIR DE BENTONITA BRASILEIRA**. 2017. 104 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/185441/PCEM0446-D.pdf?sequence=-1>. Acesso em: 25 fev. 2021.

CARMO, A.L.V.; ANGÉLICA, R.s.; PAZ, S.P.A. Ageing characteristics related to cation exchange and interlayer spacing of some Brazilian bentonites. **Heliyon**, [S.L.], v. 7, n. 2, p. 06192-06192, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06192>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405844021002978>. Acesso em: 25 fev. 2021.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers: inorganic polymeric new materials**. Journal of Thermal Analysis, v. 37, p. 1633-1656, 1991. Disponível em: <https://www.geopolymer.org/library/technical-papers/12-geopolymers-inorganic-polymeric-new-materials/>. Acesso em: 15 ago. 2021.

DAVIDOVITS, J. **Why Alkali-Activated Materials (AAM) are Not Geopolymers**, Technical Paper #25, Geopolymer Institute Library, 2018. DOI: 10.13140/RG.2.2.34337.25441. Disponível em: <https://www.geopolymer.org/wp-content/uploads/Why-AAM.pdf>. Acesso em: 15 ago. 2021.

DAVIDOVITS, Ralph; PELEGRIS, Christine; DAVIDOVITS, Joseph (2019), **Standardized Method in Testing Commercial Metakaolins for Geopolymer Formulations**, Technical Paper #26-MK-testing, Geopolymer Institute Library, 2019. DOI: 10.13140/RG.2.2.18109.10727/1. Disponível em: <https://www.geopolymer.org/wp-content/uploads/MK-testing.pdf>. Acesso em: 22 set. 2021.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMENEZ, A.; PROVIS, J.L.; LUKEY, G.C.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J.S.J. Geopolymer technology: the current state of the art. *Journal of materials science*, v. 42, n. 9, p. 2917-2933, 2007.

DUXSON, Peter; PROVIS, John L.; LUKEY, Grant C.; VAN DEVENTER, Jannie S.J.. The role of inorganic polymer technology in the development of 'green concrete'. **Cement And Concrete Research**, [S.L.], v. 37, n. 12, p. 1590-1597, dez. 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.08.018>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884607002001?via%3DiHub>. Acesso em: 05 out. 2020.

GU, Gonghui; XU, Fang; HUANG, Xiaoming; RUAN, Shaoqin; PENG, Chao; LIN, Juntao. Foamed geopolymer: the relationship between rheological properties of geopolymer paste and pore-formation mechanism. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 277, n.123238, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123238>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652620332832>. Acesso em: 08 out. 2020.

HAJIZADEH, Zoleikha et al. Development of novel and green NiFe₂O₄/geopolymer nanocatalyst based on bentonite for synthesis of imidazole heterocycles by ultrasonic irradiations. *Scientific Reports*, [S.L.], v. 10, n. 1, p. 1234-2345, 15 jul. 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-020-68426-z>. Disponível em: <https://www-nature.ez16.periodicos.capes.gov.br/articles/s41598-020-68426-z>. Acesso em: 31 ago. 2021.

HAQ, Ehsan Ul et al. Reinforcement of Silica Particles in Bentonite Clay Based Porous Geopolymeric Material. **Silicon**, [S.L.], v. 13, n. 8, p. 2745-2751, 6 ago. 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s12633-020-00633-9>. Disponível em: <https://link-springer-com.ez16.periodicos.capes.gov.br/content/pdf/10.1007/s12633-020-00633-9.pdf>. Acesso em: 31 ago. 2021.

ISMADJI, Suryadi; SOETAREDJO, Felycia Edi; AYUCITRA, Aning. **Clay Materials for Environmental Remediation**. Surabaya: Springer, 2015. 132 p.

JIANG, Jun; YANG, Ying; HOU, Li; LU, Zhongyuan; LI, Jun; NIU, Yunhui. Facile preparation and hardened properties of porous geopolymer-supported zeolite based on swelled bentonite. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 228, n. 117040, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117040>. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117040>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061819324821>>. Acesso em: 04 out. 2020.

KLJAJEVIĆ, Ljiljana M. et al. PROPRIEDADES ESTRUTURAIŠ E ELÉTRICAS DE MATERIAIS GEOPOLÍMEROS COM BASE EM DIFERENTES PRECURSORES (CAULIM, BENTONITA, DIATOMITA). **Jornal da Macedônia de Química e Engenharia Química**, Sérvia, v. 38, n. 2, p. 283-292, set. 2019. Disponível em: <https://mjcce.org.mk/index.php/MJCCE/article/view/1678/736>. Acesso em: 07 out. 2021.

KOLEŚYŃSKI, Andrzej; KRÓL, Magdalena; ŚYCHOWICZ, Mikołaj. The structure of geopolymers – Theoretical studies. **Journal Of Molecular Structure**, [S.L.], v. 1163, p. 465-471, jul. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.molstruc.2018.03.033>. Disponível em: <https://www-sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0022286018303223?via%3DiHub>. Acesso em: 02 jun. 2023.

KOMNITSAS, Kostas; ZAHARAKI, Dimitra. Geopolymerisation: a review and prospects for the minerals industry. **Minerals Engineering**, [S.L.], v. 20, n. 14, p.

1261-1277, nov. 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2007.07.011>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089268750700204X?via%3Dihub>. Acesso em: 08 out. 2020.

LIMA, Jofre Silva. **EFEITO DA RELAÇÃO MOLAR SiO₂/Al₂O₃ E DAS CONDIÇÕES DE CURA NAS PROPRIEDADES DE GEOPOLÍMEROS OBTIDOS COM SILICATO DE CINZA DA CASCA DE ARROZ**. 2018. 96 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, Universidade Federal de Pernambuco, Caruaru, 2018. Disponível em: <<https://www.ufpe.br/documents/39810/1355139/Jofre.pdf/196b449d-f094-45bc-bfab-35447d439b7b>>. Acesso em: 09 out. 2020.

LUZ, Adão Benvindo da; LINS, Fernando Antônio Freitas. **ROCHAS & MINERAIS INDUSTRIAIS: usos e especificações**. 2. ed. Rio de Janeiro: Cetem-Mtc, 2008. 974 p. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/522/1/Rochas%20Min.Ind.2a%20edicao%20%28Adao%20e%20F.Lins%29.pdf>. Acesso em: 25 fev. 2021.

MALEKI, Ali; HAJIZADEH, Zoleikha; SHARIFI, Vajiheh; EMDADI, Zeynab. A green, porous and eco-friendly magnetic geopolymer adsorbent for heavy metals removal from aqueous solutions. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 215, p. 1233-1245, abr. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.084>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0959652619300952?via%3Dihub>. Acesso em: 23 fev. 2021.

NAZARI, A.; SANJAYAN, J. G. (Editores) **Handbook of Low Carbon Concrete**. 1a. ed. Elsevier, 2017.

NOVAIS R. M., ASCENSÃO G., BURUBERRI L. H., SENFF L., LABRINCHA J. A. Influence of blowing agente on the fresh – and hardened – state properties of lightweight geopolymers. **Materials and Design**, v. 108, p. 551-559, 2016.

NOVAIS, Rui M.; PULLAR, Robert.C.; LABRINCHA, João A.. Geopolymer foams: an overview of recent advancements. **Progress In Materials Science**, [S.L.], v. 109, n. 100621, abr. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100621>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642519301033>. Acesso em: 08 out. 2020.

ÖZCAN, A. Safa; ERDEM, Bilge; ÖZCAN, Adnan. Adsorption of Acid Blue 193 from aqueous solutions onto Na–bentonite and DTMA–bentonite. **Journal Of Colloid And Interface Science**, [S.L.], v. 280, n. 1, p. 44-54, dez. 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2004.07.035>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0021979704006988>. Acesso em: 31 ago. 2021.

PACHECO-TORGAL, F.. Eco-efficient construction and building materials research under the EU Framework Programme Horizon 2020. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 51, p. 151-162, jan. 2014. Elsevier BV.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.058>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813009793>. Acesso em: 05 out. 2020.

PENG, Mei Xun; WANG, Zheng Hong; SHEN, Shao Hua; XIAO, Qiu Guo; LI, Long Jiang; TANG, Yu Cheng; HU, Lin Lin. Alkali fusion of bentonite to synthesize one-part geopolymeric cements cured at elevated temperature by comparison with two-part ones. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 130, p. 103-112, jan. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.010>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061816317597?via%3Dihub>. Acesso em: 09 out. 2020.

PETLITCKAIA, Svetlana; POULESQUEN, Arnaud. Design of lightweight metakaolin based geopolymer foamed with hydrogen peroxide. **Ceramics International**, [S.L.], v. 45, n. 1, p. 1322-1330, jan. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.021>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S027288421832813X?via%3Dihub>. Acesso em: 19 set. 2021.

PINHEIRO, Bruno Filipe dos Santos. **INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE CURA NA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS GEOPOLÍMEROS**. 2017. 80 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Departamento de Engenharia Civil FCTUC, Universidade de Coimbra, Coimbra, 2017. Disponível em:

<https://estudogeral.uc.pt/bitstream/10316/83363/1/Influ%C3%Aancia%20da%20temperatura%20de%20cura%20na%20resist%C3%Aancia%20%C3%A0%20compress%C3%A3o%20dos%20geopol%C3%ADmeros.pdf>. Acesso em: 27 jun. 2023.

PUTRO, Jindrayani Nyoo; SANTOSO, Shella Permatasari; ISMADJI, Suryadi; JU, Yi-Hsu. Investigation of heavy metal adsorption in binary system by nanocrystalline cellulose – Bentonite nanocomposite: Improvement on extended Langmuir isotherm model. **Microporous And Mesoporous Materials**, [s. l], p. 166-177, 01 jul. 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1387181117302093?via%3Dihub>. Acesso em: 02 set. 2021.

RAMOS, Flávio James Humberto Tommasini Vieira *et al.* Performance of geopolymer foams of blast furnace slag covered with poly(lactic acid) for wastewater treatment. **Ceramics International**, Rio de Janeiro, v. 48, n. 1, p. 732-743, jan. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.09.153>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884221029473?via%3Dihub>. Acesso em: 15 ago. 2023.

REDKO, Beatriz Vera Pozzi. Bentonitas: o que elas são e como podem ser usadas pelas indústrias de celulose e de papel. In: 41º Congresso e Exposição Internacional de Celulose e Papel, 2008, São Paulo – SP, Brasil. Disponível em: http://celso-foelkel.com.br/artigos/outros/06_Bentonitas%20ppt.pdf. Acesso em: 09 ago. 2021.

ROCHA, Thais da Silva. **ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS COM DIFERENTES ATIVADORES E SEUS COMPORTAMENTOS FRENTE À**

ELEVAÇÃO DA TEMPERATURA. 2017. 108 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – Uenf, Campos dos Goytacazes, 2017. Disponível em: https://uenf.br/posgraduacao/engenharia-civil/wp-content/uploads/sites/3/2017/12/Disserta%C3%A7%C3%A3o_Thais-da-Silva-Rocha_2017.pdf. Acesso em: 20 jun. 2023.

SANTOS, Pécio de Souza. **Tecnologia de Argilas:** aplicada às argilas brasileiras. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1928. 340 p.

SHAO, Ning-Ning et al. Fabrication of hollow microspheres filled fly ash based foam geopolymers with ultra-low thermal conductivity and relative high strength. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 185, p. 567-573, out. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.07.077>. Disponível em: <https://www-sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0950061818317525?via%3Dihub>. Acesso em: 13 ago. 2021.

SILVA, Adriana Almeida. **Contribuição ao Estudo das Bentonitas do Município de Boa Vista Estado da Paraíba.** 2011. 282 f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3133/tde-29062011-133500/publico/ADRIANAALMEIDA.pdf>. Acesso em: 05 ago. 2023.

SILVA, Juliana Valadares e. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE GEOPOLÍMEROS MACROPOROSOS COM USO DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO.** 2019. 102 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/handle/1843/RAOA-BCUHWI>. Acesso em: 17 set. 2021.

SILVA, Marina Carvalho da; RACANELLI, Lêda de Azevedo; SOUZA, José Antônio da Silva; QUARESMA, João Nazareno Nonato; CORRÊA, Matheus Silva. Estudo do desempenho mecânico de geopolímero produzido com auto teor de ferro. **Matéria (Rio de Janeiro)**, Belém, v. 28, n. 1, p. 8-8, fev. 2023. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2022-0309>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/FVwQshPhPh5ZbSJ3ygvBNYD/#>. Acesso em: 09 ago. 2023.

SOUTSOS, Marios; BOYLE, Alan P.; VINAI, Raffaele; HADJIERAKLEOUS, Anastasis; BARNETT, Stephanie J.. Factors influencing the compressive strength of fly ash based geopolymers. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 110, p. 355-368, maio 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.11.045>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061815306723?via%3Dihub>. Acesso em: 05 out. 2020.

SUMÁRIO MINERAL 2013. Brasília: Departamento Nacional de Produção Mineral - DNPM, v. 33, dez. 2013. Anual. Disponível em: <https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2013>. Acesso em: 12 mar. 2021.

SUN, Zengqing *et al.* Mechanical and environmental characteristics of red mud geopolymers. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 321, p. 125564, fev. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125564>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095006182103302X?via%3Dihub>. Acesso em: 15 ago. 2023.

TCHADJIE, L.N., EKOLU, S.O. **Enhancing the reactivity of aluminosilicate materials toward geopolymer synthesis**. *J Mater Sci* 53, p. 4709–4733, dez 2018. Disponível em: <https://doi.org.ez16.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s10853-017-1907-7>. Acesso em: 19 abril 2023.

TEIXEIRA, Paulo César; DONAGEMMA, Guilherme Kangussu; FONTANA, Ademir; TEIXEIRA, Wenceslau Geraldes. **Manual de Métodos de Análise de Solo**. 3. ed. Brasília, Df: Embrapa, 2017. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/1087262/1/Pt1Ca p10Analisegranulometrica.pdf>. Acesso em: 29 jul. 2023.

TIGUE, April Anne S.; DUNGCA, Jonathan R.; HINODE, Hirofumi; KURNIAWAN, Winarto; PROMENTILLA, Michael Angelo B. Synthesis of a one-part geopolymer system for soil stabilizer using fly ash and volcanic ash. **Matec Web Of Conferences**, [S.L.], v. 156, p. 05017-05017, 2018. EDP Sciences. <http://dx.doi.org/10.1051/matecconf/201815605017>. Disponível em: <https://doaj.org/article/478b800592b54b55a5613d8e963c4fb0?frbrVersion=3>. Acesso em: 18 jun. 2021.

TOLEDO, Mettler. **Espectroscopia FTIR**. 2023. Disponível em: https://www.mt.com/br/pt/home/applications/L1_AutoChem_Applications/ftir-spectroscopy.html. Acesso em: 30 jul. 2023.

WANG, Shao-Dong; SCRIVENER, Karen L.; PRATT, P.L. Factors affecting the strength of alkali-activated slag. **Cement And Concrete Research**, Londres, v. 24, n. 6, p. 1033-1043, 1994. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846\(94\)90026-4](http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846(94)90026-4). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008884694900264>. Acesso em: 02 ago. 2023.

YANG, Ying; JIANG, Jun; HOU, Li; LU, Zhongyuan; LI, Jun; WANG, Jinxin. Pore structure and properties of porous geopolymer based on pre-swelled bentonite. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 254, n.119226, set. 2020. Elsevier BV. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119226>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061820312319?via%3Dihub>. Acesso em: 05 out. 2020.

YANUARI, Ramadhan *et al.* Studi Parametrik Mortar Geopolimer Hybrid Abu Sawit (Palm Oil Fuel Ash/POFA). **Rekayasa Sipil**, [S.L.], v. 14, n. 2, p. 83-90, 25 jun. 2020. Brawijaya University. <http://dx.doi.org/10.21776/ub.rekayasasipil.2020.014.02.1>. Disponível em:

<https://doaj.org/article/790b534af93b4616b296fccab0fbf6f6>. Acesso em: 18 jun. 2021.

ZHAO, Qihong *et al.* Development of alkali activated cementitious material from sewage sludge ash: two-part and one-part geopolymer. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 384, p. 135547-135547, jan. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.135547>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652622051216?via%3Dihub>. Acesso em: 02 ago. 2023.

ZHANG, Xiaohong *et al.* Porous geopolymer composites: a review. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S.L.], v. 150, 106629, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106629>. Disponível em: <https://www-sciencedirect.ez16.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S1359835X2100347X?via%3Dihub>. Acesso em: 15 set. 2021.

ZHANG, Zuhua; PROVIS, John L.; REID, Andrew; WANG, Hao. Geopolymer foam concrete: an emerging material for sustainable construction. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 56, p. 113-127, abr. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.081>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061814001160>. Acesso em: 05 out. 2020.