



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

MARIA NATALI GOMES DOS SANTOS

PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS POROSOS PARA ISOLAMENTO TÉRMICO

Caruaru
2021

MARIA NATALI GOMES DOS SANTOS

PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS POROSOS PARA ISOLAMENTO TÉRMICO

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: Profa. Dra. Érika Pinto Marinho

Caruaru

2021

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

S237p Santos, Maria Natali Gomes dos.
Produção de geopolímeros porosos para isolamento térmico. / Maria Natali Gomes dos Santos. – 2021.
85 f.; il.: 30 cm.

Orientadora: Érika Pinto Marinho.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco, CAA, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, 2021.
Inclui Referências.

1. Compostos poliméricos. 2. Agentes oxidantes. 3. Porosidade. 4. Análise estrutural (Engenharia). 5. Isolamento térmico. 6. Resistência de materiais. I. Marinho, Érika Pinto (Orientadora). II. Título.

CDD 620 (23. ed.) UFPE (CAA 2021-303)

MARIA NATALI GOMES DOS SANTOS

PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS POROSOS PARA ISOLAMENTO TÉRMICO

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: 19/08/2021.

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Érika Pinto Marinho (Orientadora)
Universidade Federal de Pernambuco

Profa. Dra. Ana Cecília Vieira da Nóbrega (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Elder Alpes de Vasconcelos (Examinador Externo)
Universidade Federal de Pernambuco

Dedico este trabalho à Ágatha, Geórgia e Jade, meus grandes e lindos motivos.

AGRADECIMENTOS

Primeiro agradeço à Deus, porque d'Ele, por meio d'Ele e para Ele são todas as coisas. Por nunca ter desistido de mim, pela sua presença nos meus dias de maior aflição, por me permitir vivenciar a conclusão da minha dissertação, a Ele toda honra e toda a glória. Venci a morte, aqui estou.

Gostaria de agradecer à minha professora orientadora Dra. Érika Pinto Marinho, por tudo que fez por mim, os quais me faltam palavras para descrever. Por sua humildade, por seu carinho, por sua atenção, por todo o conhecimento adquirido desde que tive a honra de iniciar os estudos como sua orientanda. Obrigada pelo apoio, pelas inúmeras chances. Se hoje estou aqui foi porque você me deu condições para isso. A você minha eterna gratidão.

À minha família, por todo o apoio nessa trajetória. Por terem vibrado comigo na aprovação, por estarem vibrando agora, vendo que apesar das inúmeras dificuldades que encontrei pelo caminho, concluí o meu trabalho, me considero vencedora, fui criada para ser uma.

Ao meu marido Rafael Costa, por ter sido essencial na conclusão deste trabalho, sendo o melhor Coach Profissional que eu poderia ter, me cobrando resultados ao mesmo tempo em que me apoiava e vivenciava ao meu lado, cada passo desse sonho.

À secretaria do PPGECAM UFPE/CAA por me proporcionar tudo que precisei em todo o período de Mestrado.

À professora Dra. Ana Cecília pelos aprendizados em todas as disciplinas que tive a honra de cursar tendo-a como docente.

Ao professor Dr. Elder Vasconcelos por todo o auxílio na elaboração deste trabalho. Sem você nada disso teria sido possível. A você meu respeito e gratidão.

Aos técnicos do Laboratório de Química, Laboratório de Construção Civil e Laboratório de Física da UFPE/CAA, assim como aos técnicos do Departamento de Energia Nuclear (DEN) da UFPE Campus Recife, em especial a Daniel, pela utilização do tomógrafo.

Aos meus amigos e colegas, que durante esse período, estiveram ao meu lado: Cassiana, Marcelo, Humberto e Jofre. Em especial a Jofre, por todo o apoio na conclusão desta pesquisa.

RESUMO

O uso de geopolímeros porosos é uma tecnologia promissora para diversas aplicações, uma vez que apresenta estrutura inorgânica que resiste à queima, baixa densidade e baixa condutividade térmica. Contudo, a influência da relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ no aspecto das espumas geopoliméricas ainda não foi estudada com o percentual de agente espumante na produção de geopolímeros porosos, uma vez que comumente é utilizado um surfactante comercial para melhor distribuição dos poros. Nesta pesquisa, geopolímeros porosos foram produzidos utilizando metacaulim, NaOH e H_2O_2 como agente espumante, e submetidos a ensaios mecânicos, infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Tomografia 3D, a fim de avaliar a influência da razão molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e do percentual de H_2O_2 em suas propriedades. Os resultados mostram que a razão molar influencia diretamente as propriedades físicas do geopolímero poroso, assim como o aspecto e distribuição de seus poros. Os geopolímeros produzidos com razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,5$ obtiveram os melhores resultados quanto a densidade, absorção de água e porosidade, aliado ao percentual de H_2O_2 de 6%. Este geopolímero, com densidade de $449,83 \text{ kg/m}^3$, quando colocado em contato com uma placa metálica a 120°C por 27 minutos apresentou 33°C na superfície de medição, sugerindo uso promissor como material para isolamento térmico. Os resultados obtidos sugerem que o uso de metassilicato como fonte complementar de sílica tenha contribuído para o mecanismo estabilizador dos poros, dispensando a utilização de aditivos usados em trabalhos descritos na literatura.

Palavras-chave: geopolímero; peróxido de hidrogênio; relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$; porosidade; espumas geopoliméricas.

ABSTRACT

The use of porous geopolymers is a promising technology for several applications, since it has an inorganic structure that resists burning, low density and low thermal conductivity. However, the influence of the $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio on the appearance of geopolymer foams has not yet been studied with the percentage of foaming agent in the production of porous geopolymers, since a commercial surfactant is commonly used for better pore distribution. In this research, porous geopolymers were produced using metakaolin, NaOH and H_2O_2 as foaming agent, and subjected to mechanical tests, Fourier Transform infrared (FTIR) and 3D Tomography, in order to evaluate the influence of the $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ molar ratio and the percentage of H_2O_2 in its properties. The results show that the molar ratio directly influences the physical properties of the porous geopolymer, as well as the appearance and distribution of its pores. The geopolymers produced with $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio = 2.5 obtained the best results in terms of density, water absorption and porosity, together with a 6% H_2O_2 percentage. This geopolymer, with a density of 449.83 kg/m^3 , when placed in contact with a metal plate at 120°C for 27 minutes presented 33°C on the measurement surface, suggesting a promising use as a material for thermal insulation. The results obtained suggest that the use of metasilicate as a complementary source of silica has contributed to the pore stabilizer mechanism, dispensing with the use of additives used in studies described in the literature.

Keywords: geopolymer; hydrogen peroxide; $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio; porosity; geopolymer foams.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	OBJETIVOS	13
2.1	OBJETIVO GERAL.....	13
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	13
3	REVISÃO DA LITERATURA	14
3.1	GEOPOLÍMEROS	14
3.1.1	Síntese	15
3.1.2	Precursores geopoliméricos	17
3.1.3	Soluções ativadoras	19
3.1.4	Relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	20
3.2	AGENTES FORMADORES DE POROS.....	22
3.3	ESTABILIZAÇÃO DOS POROS NA MATRIZ GEOPOLIMÉRICA	25
3.4	COMPORTAMENTO TÉRMICO DOS MATERIAIS GEOPOLIMÉRICOS.....	26
3.4.1	Resistência ao choque térmico	26
3.4.2	Expansão térmica de materiais	28
3.5	PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS POROSOS NA COMUNIDADE CIENTÍFICA.....	29
4	MATERIAIS E MÉTODOS	35
4.1	MATERIAIS UTILIZADOS	35
4.2	MÉTODOS.....	35
4.2.1	Caracterização química dos materiais	37
4.2.2	Síntese dos geopolímeros	38
4.2.3	Caracterização dos materiais geopoliméricos obtidos	39
4.2.4	Ensaio de resistência à compressão	40
4.2.5	Estudo térmico	40

4.2.6	Avaliação da porosidade	42
4.2.6.1	Densidade	43
4.2.6.2	Absorção de água	43
4.2.6.3	Variação dimensional.....	44
4.2.6.4	Tomografia 3D	44
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
5.1	CARACTERIZAÇÃO DO PRECURSOR GEOPOLIMÉRICO.....	46
5.1.1	Difração de raios-x	46
5.1.2	Composição química do precursor geopolimérico.....	47
5.1.3	Termogravimetria/Análise térmica diferencial (DTG/DTA)	48
5.2	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO GEOPOLÍMERO.....	49
5.2.1	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)....	49
5.3	RESISTÊNCIA MECÂNICA	53
5.3.1	Densidade.....	56
5.4	ESTUDO TÉRMICO.....	57
5.5	AVALIAÇÃO DA POROSIDADE	61
5.5.1	Absorção de água	61
5.5.2	Variação dimensional	62
5.5.3	Tomografia 3D.....	65
5.5.4	Medição da porosidade através do VGStudio	69
6	CONCLUSÕES	72
	REFERÊNCIAS	74

1 INTRODUÇÃO

Os geopolímeros, desenvolvidos por Joseff Davidovits na década de 70 como uma nova classe de materiais, possuem excelentes propriedades mecânicas e térmicas, obtendo um amplo campo de aplicações. O material geopolimérico vêm despertando a atenção da comunidade científica devido às suas características únicas e grande potencial, além de possuir estabilidade química e baixa emissão de CO₂ e energia em seu processo de produção (BAI; COLOMBO, 2018; YUN-MING et. al, 2016).

Pesquisas abordam a utilização de materiais geopoliméricos como refratários, devido à sua alta resistência quando submetido à altas temperaturas e condições de incêndio, sendo dessa forma, visto como um produto voltado para a segurança e aplicações comerciais (AZIMI et. al, 2016; BAI et. al, 2018a). Os geopolímeros possuem excelente estabilidade térmica dimensional, com baixo encolhimento; e associado a agentes formadores de poros, possuem baixos valores de condutividade térmica, também possuem resistência a ambientes ácidos e alcalinos e ausência de degradação quando imersos em água, propriedades que agregam valor a um material isolante (LEMOUGNA et. al, 2016; YUN-MING et. al, 2016; MCLELLAN et. al, 2011). Apesar do potencial significativo dos materiais geopoliméricos para aplicações em altas temperaturas, suas propriedades térmicas ainda são pouco estudadas (MILLS-BROWN et. al, 2013).

Com a utilização de um agente espumante, geopolímeros podem apresentar propriedades favoráveis ao isolamento térmico. Elementos como fibras de polipropileno (RICKARD et. al, 2013), alumínio em pó (KAMSEU et. al, 2015; LYNCH et. al, 2018; ALGHAMDI et. al, 2018), pó de silício (LANDI et. al, 2013; GUALTIERI et. al, 2016; ROVIELLO et. al, 2017), sílica ativa (PAPA et. al, 2016) resíduo de vidro (PALMERO et. al, 2015; HUISKES et. al, 2016; DEMBOVSKA et. al, 2017), proteínas (HUANG et. al, 2018; VERDOLOTTI et. al, 2015), cinzas de incineração (CHEN et. al, 2016; ZHU et. al, 2018), partículas de poliestireno (DUAN et. al, 2017), microesferas ocas (SHAO et. al, 2018) e dióxido de titânio e naftalina (NARAYANAN et. al, 2018) foram estudados como agentes formadores de poros em materiais geopoliméricos com diferentes precursores e utilizando uma faixa de relação SiO₂/Al₂O₃ entre 1,0 e 10,0.

A utilização de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) como agente espumante é uma alternativa interessante devido ao baixo custo e disponibilidade quando comparado a outros elementos, sendo possível garantir a reprodutibilidade da síntese. Pesquisas têm utilizado o H_2O_2 na produção de geopolímeros aerados, geralmente com a utilização de surfactante comercial (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017), cinzas de biomassa (MURRI et. al, 2017) e óleo vegetal (BAI et. al, 2018b). Foram avaliados os impactos na resistência à compressão e condutividade térmica, além de diversas condições de cura e seu impacto na formação e distribuição dos poros. Relações SiO_2/Al_2O_3 diferentes de 3,5 e 4,5 foram estudadas mantendo o percentual de H_2O_2 fixo (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017), assim como diferentes percentuais de H_2O_2 mantendo fixa a relação SiO_2/Al_2O_3 (NOVAIS et. al, 2016), porém o impacto das diferentes relações e controle de porosidade ainda precisam ser investigados (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017).

Contudo, existem divergências quanto à melhor relação SiO_2/Al_2O_3 , que apesar dos estudos mostrarem uma faixa de utilização entre 2,0 e 4,5, os resultados de diferentes propriedades térmicas investigadas variaram entre os trabalhos publicados, que além de utilizarem materiais diferentes em suas respectivas sínteses, como diferentes precursores geopoliméricos, também utilizaram diferentes percentuais de H_2O_2 entre si, além da utilização de surfactantes comerciais e diferentes tipos de óleo vegetal com a finalidade de homogeneizar a distribuição de poros na matriz geopolimérica, não sendo possível concluir os efeitos da relação SiO_2/Al_2O_3 e do percentual de peróxido de hidrogênio, principais agentes na produção do material em questão, nas diferentes propriedades físicas, mecânicas e efeitos térmicos do geopolímero poroso, assim como os efeitos na regularidade e aspecto da porosidade das espumas geopoliméricas.

Este trabalho traz contribuições sobre a correlação entre propriedades mecânicas e formação de poros (analisados por tomografia 3D) de geopolímeros produzidos com diferentes combinações de razão molar SiO_2/Al_2O_3 e percentual de agente espumante (H_2O_2), sem a utilização de agentes descritos na literatura como estabilizadores de poros. Dados de espectroscopia de infravermelho (FTIR) foram usados como forma de evidenciar a formação de geopolímeros nas diversas condições de síntese. A formação de poros nos geopolímeros por tomografia 3D foi realizada a fim de observar a macroestrutura resultante da inserção dos agentes

espumantes. Adicionalmente, foi realizado um experimento com placa aquecedora visando-se sugerir se os poros formados nos geopolímeros podem oferecer resistência à condutividade de onda térmica, e assim sugerir algum potencial efeito isolante.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Produzir geopolímeros porosos com potencial para isolamento térmico a partir da otimização da razão molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, e do percentual de agente espumante, sem a utilização de surfactante comercial.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o efeito das diferentes relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, de 2,0; 2,5 e 3,0, nas propriedades mecânicas dos geopolímeros produzidos.
- Correlacionar o efeito do percentual de agente espumante (1,5; 3,0 e 6,0%) inserido no material geopolimérico nas propriedades mecânicas dos geopolímeros produzidos, sem a presença de um surfactante comercial.
- Realizar um estudo térmico comparativo com os geopolímeros porosos produzidos e alguns materiais isolantes convencionais, visando avaliar seu potencial para aplicação para isolamento térmico;
- Realizar um estudo por tomografia 3D para analisar o efeito da razão molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e do percentual de agente espumante na formação e distribuição de poros dos geopolímeros produzidos.

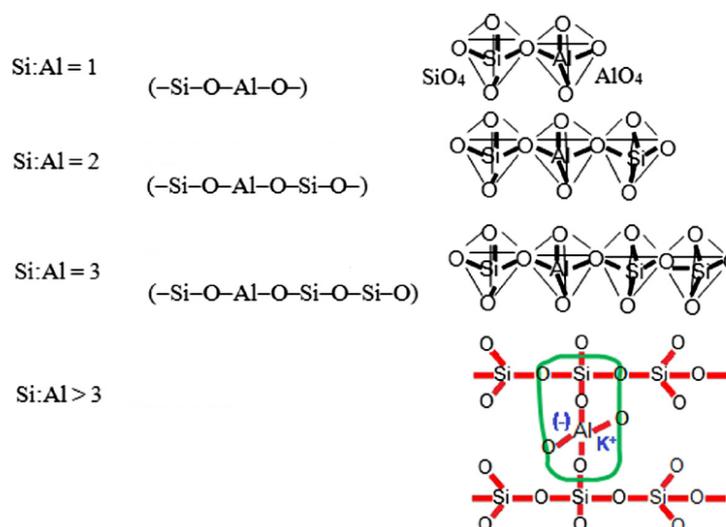
3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 GEOPOLÍMEROS

Os geopolímeros foram classificados na década de 70 pelo pesquisador Joseff Davidovits, enquanto realizava pesquisas a respeito da durabilidade de construções antigas e buscava por materiais poliméricos resistentes ao fogo, uma vez que a época foi marcada por diversos incêndios na França. Compõem uma nova classe de cimentos inorgânicos, produzidos através da ativação alcalina de materiais ricos em aluminossilicatos amorfos (DAVIDOVITS, 2002; DAVIDOVITS, 2015).

O prefixo “geo” em geopolímeros se refere ao aluminossilicato inorgânico, geralmente de origem geológica, podendo ainda ser oriundo de resíduos industriais, que em contato com uma solução alcalina, originará um material aglutinante através de uma reação de policondensação (YUN-MING et. al, 2016; DAVIDOVITS, 2002). Quimicamente, os geopolímeros baseados em silício e alumínio são designados como Poli(sialatos), onde o termo “sialato” corresponde a uma abreviação de silício-oxo-aluminato (LEMOUGNA et. al, 2016; BAI; COLOMBO, 2018). Essa terminologia classifica os geopolímeros em três categorias, baseadas na relação Si:Al, denominadas poli(sialato), poli(sialato-siloxo) e poli(sialato-disiloxo) a depender de sua estrutura, conforme demonstrado na Figura 1.

Figura 1 - Categorias geopoliméricas baseadas em aluminossilicatos



Fonte: A Autora (2021)

NOTA: Adaptado de Davidovits (2002)

Os geopolímeros possuem microestrutura que pode variar de amorfa a semi-cristalina, cujas redes são poliméricas e tridimensionais, com os elementos de silício e alumínio compartilhando os átomos de oxigênio (LEMOUGNA et. al, 2016; DAVIDOVITS, 2002; YUN-MING et. al, 2016). Podem apresentar propriedades interessantes, como por exemplo, elevada resistência mecânica, resistência ao processo de gelo/degelo e resistência ao sulfato e à corrosão. No geral, geopolímeros possuem bom desempenho quando submetido a intempéries, ao ambiente ácido e ao fogo, além de possibilitar a incorporação de subprodutos industriais em sua composição (DAVIDOVITS, 1994; OUDADESSE et. al, 2007; NAZARI e SANJAYAN, 2015).

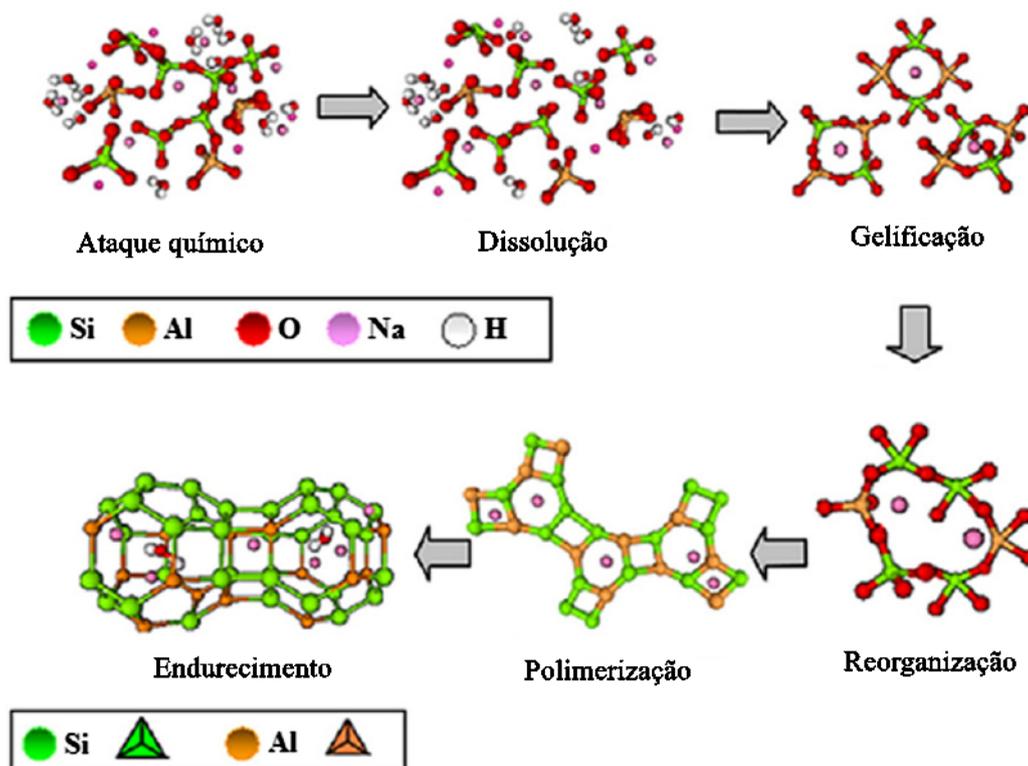
Devido às suas propriedades, os materiais geopoliméricos possuem amplo campo de aplicações, sendo um material em potencial para substituição do cimento Portland, cujo processo produtivo libera de 5 a 7% de todo o CO₂ produzido, na atmosfera (HEATH et. al, 2014; TURNER e COLLINS, 2013; DAVIDOVITS, 2015). Pesquisas mostram que concretos geopoliméricos podem produzir cerca de 80% menos dióxido de carbono em seu processamento, comparado a emissão da produção de concretos tradicionais de cimento Portland (TURNER e COLLINS, 2013).

Os materiais geopoliméricos também possuem excelentes propriedades térmicas, entre elas, resistência a altas temperaturas e não-inflamabilidade, o que o torna um material de segurança para ser utilizado em locais com risco de incêndios (DAVIDOVITS, 2002). Aliado à adição de agentes espumantes para produção de poros, os geopolímeros apresentam potencial para serem utilizados como isolantes térmicos, configurando um material de segurança, estável, resistente e ambientalmente correto, cujo impacto pode ser considerado insignificante (MURRI et. al, 2017; AZIMI et. al, 2016; KOMNITSAS, 2011).

3.1.1 Síntese

A geopolimerização, ou geosíntese, pode ser descrita como a reação do material aluminossilicato, definido como precursor geopolimérico, em contato com a uma solução alcalina, denominada solução ativadora, geralmente composta por um hidróxido ou um silicato de metal alcalino concentrado (STEINS et. al, 2012). O mecanismo da reação é composto por fases. O processo de geopolimerização, segundo o modelo conceitual, pode ser demonstrado na Figura 2.

Figura 2 - Modelo conceitual simplificado do processo de geopolimerização



Fonte: Adaptado de Yun-Ming (2016)

Na Figura 2, pode-se observar a presença de seis fases, cujo número é amplamente discutido na ciência, devido à alta velocidade da reação. Entretanto, devido à complexibilidade do sistema e dificuldade de monitoração, alguns autores defendem a geopolimerização como fase única (PANAGIOTOPOULOU et. al, 2007). Nas primeiras fases da geosíntese, ocorre a dissolução do silicato e aluminado presentes no material precursor em contato com a solução alcalina, onde os íons de alumínio e silício passam a ficar livres para reagir, onde, a partir de então, ocorre a difusão dos complexos de alumínio e silício presentes na solução (YUN-MING et. al, 2016). Em seguida, ocorrem reações de policondensação do

material devido à formação de uma rede de aluminossilicatos que formam anéis de polímeros, resultando na condensação da solução e posterior formação de um gel.

O intervalo de tempo entre dissolução, difusão e formação do gel é reduzido, de forma que é possível atribuir a característica de instantaneidade à reação. As últimas etapas demonstradas na Figura 2, são compostas pela finalização da polimerização reorganização da estrutura, que resulta na secagem e endurecimento do gel, conseqüente à evaporação da água na mistura. Esse último processo é responsável por muitas das propriedades físicas dos geopolímeros, uma vez que pode determinar a microestrutura e distribuição de poros (MUÑIZ-VILLARREAL et. al, 2011; DAVIDOVITS, 1998; STEINS et. al, 2012; YUN-MING et. al, 2016; DUXON et. al, 2007).

Durante a reação de geopolimerização, as primeiras etapas influenciam notavelmente o sistema, ao passo em que as reações químicas ocorridas nos primeiros instantes podem afetar a composição e estrutura das fases, uma vez que as propriedades físicas e químicas do geopolímero são resultantes de seu arranjo nanoestrutural, que podem variar a depender das condições em que a síntese é realizada, em especial, a sua temperatura. Outros elementos influentes na reação de geopolimerização são a natureza e concentração do precursor e solução ativadora, metal alcalino e cátions presentes na solução ativadora, pH, tempo de cura e relação molar entre os átomos de silício e alumínio (STEINS et. al, 2012; MUÑIZ-VILLARREAL et. al, 2011; NAZARI e SANJAYAN, 2015; DAVIDOVITS, 2015).

Importante destacar, que a geosíntese é dependente de fatores como a quantidade de partículas amorfas do precursor geopolimérico, ou seja, a principal fonte de aluminossilicatos, que deve ser suficiente para tornar a reação favorável, e a alcalinidade da solução ativadora que deve ser suficiente para que ocorra a dissolução (DUXON et. al, 2007).

3.1.2 Precursores geopoliméricos

Os materiais aluminossilicatos utilizados para realização da geosíntese são denominados de precursores geopoliméricos, e podem ter diversas origens de reservas naturais ou resíduos industriais, caracterizando o material geopolimérico

como extremamente adaptável em seu processo de obtenção (LEMOUGNA et. al, 2016; BAI; COLOMBO, 2018). Inicialmente, no desenvolvimento de geopolímeros, foi utilizada a caulinita como fonte principal de alumínio e silício, posteriormente, foram utilizadas outras fontes de matéria-prima, como por exemplo, argilas e zeólita e até mesmo o pó $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-2SiO}_2$ (DAVIDOVITS, 2002; YUN-MING et. al, 2016).

Resíduos industriais contendo grande quantidade de sílica e alumina também passaram a ser utilizados como precursores geopoliméricos, entre os quais, destacam-se pesquisas utilizando as cinzas leves e pesadas, provenientes da queima do carvão mineral (SANTA, 2016; AL-ZBOON et. al, 2011) e escória (NAZARI e SANJAYAN, 2015). Também podem ser desenvolvidos geopolímeros a partir de resíduos não-tradicionais, tais como resíduos de garrafas de vidro (CYR et. al, 2012). Ambos os materiais contêm uma quantidade considerável de aluminossilicatos, favorecendo seu uso como precursor geopolimérico e proporcionando a utilização de resíduos potencialmente prejudicáveis ao meio ambiente, convertendo-os em subprodutos úteis (MCLELLAN et. al, 2011).

Para serem considerados precursores, os materiais utilizados precisam ser ricos em SiO_2 e Al_2O_3 na fase amorfa, sendo estes os elementos utilizados no sistema de ligação microestrutural, necessários na formação do arranjo tridimensional (YUN-MING et. al, 2016). A reatividade dos aluminossilicatos é necessária, uma vez que dificilmente poderão ser dissolvidos cristais presentes no meio, fazendo com que a geopolimerização não ocorra em todos os pontos da mistura. Por esse motivo, existe uma preferência por materiais precursores que passaram por processos de calcinação, no qual lhe foi conferido um alto teor amorfo, como por exemplo, o metacaulim, utilizado como precursor geopolimérico em diversas pesquisas (SANTA, 2016).

No geral, precursores provenientes de matéria prima calcinada ou que tenham passado por processamento térmico adequado tendem a conferir um melhor desempenho mecânico aos geopolímeros produzidos, sendo a temperatura de queima do aluminossilicato um fator extremamente relevante (LEMOUGNA et. al, 2016; YUN-MING et. al, 2016). Além do processamento da matéria-prima, a composição química do precursor geopolimérico é determinante para obtenção de suas propriedades quando ativados por uma solução alcalina, o que pode ser um limitante para a utilização de alguns resíduos industriais, tais como a cinza volante,

cuja composição é uma variável a depender do processo de fabricação da fonte utilizada. Além da variação na composição química, alguns resíduos industriais podem também apresentar toxicidade, como por exemplo, a lama vermelha (RIAHI et. al, 2012; ZHANG et. al, 2016; AUGHENBAUGH et. al, 2015). Todos esses fatores fazem com que o metacaulim seja um dos materiais mais utilizados como precursor geopolimérico (DAVIDOVITS, 2015).

3.1.3 Soluções ativadoras

Para que ocorra a geopolimerização, é necessário que haja a ativação alcalina do precursor geopolimérico, dada através de uma solução ativadora. Geralmente, as soluções ativadoras são compostas por hidróxidos, mais precisamente, de sódio ou potássio, podendo ainda conter um silicato, além do hidróxido (SANTA, 2016; TURNER, COLLINS, 2013). O ambiente alcalino fornece condições para que ocorra a dissolução dos componentes presentes no precursor, isto é, a quebra das ligações, favorecendo a formação da estrutura tetraédrica composta por SiO_4 e AlO_4 e promovendo a policondensação na geossíntese (YIP et. al, 2005; YUN-MING et. al, 2016).

De maneira geral, todos os materiais aluminossilicatos poderiam ser dissolvidos em uma solução alcalina, desde que a matéria-prima do precursor atenda às seguintes condições: Alta solubilidade no meio básico e alto conteúdo de SiO_2 e Al_2O_3 amorfos (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et. al, 2008). No entanto, a capacidade de dissolução do precursor pode influenciar propriedades importantes, como por exemplo, a resistência mecânica, que é diretamente proporcional à capacidade de dissolução. Apesar disto, o tipo de hidróxido a ser utilizado também pode influenciar a resistência mecânica dos geopolímeros de acordo com o tamanho dos íons cátions a se ligarem aos ânions do silicato, resultando em oligômeros maiores conforme maiores forem os tamanhos dos contra-íons do hidróxido, geralmente Na^+ ou K^+ , conferindo ao geopolímero uma maior resistência mecânica (XU; VAN DEVENTER, 2000).

Quanto ao desempenho obtido por soluções de NaOH e KOH, além do tamanho do íon, outros parâmetros são importantes para avaliação da melhor condição final, como por exemplo, a natureza do precursor geopolimérico a entrar

em contato, a atividade dos íons dentro da reação e a concentração da solução ativadora, que afeta diretamente na velocidade da geopolimerização (XU; VAN DEVENTER, 2000; YUN-MING et. al, 2016; RAHIER et. al, 2007; LIZCANO et. al, 2012).

A solução ativadora denominada composta, isto é, na qual é inserido um silicato em um hidróxido alcalino, é realizada geralmente quando se precisa de uma complementação de silício para que sejam alcançadas as relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ desejadas. A inclusão do complemento de silício na solução ativadora tende a influenciar positivamente o sistema, conferindo um melhor desempenho mecânico, uma vez que induz uma quantidade de sílica solúvel a formar monômeros e oligômeros. Porém, o excesso de silício pode vir a prejudicar o desenvolvimento da estrutura do geopolímero e provocar o efeito contrário (SINGH et. al, 2005).

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

A relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ é um dos principais fatores relacionados às propriedades das pastas geopoliméricas, afetando conseqüentemente seu campo de aplicação. Em síntese, a relação molar influencia a dissolução, a hidrólise e a condensação provenientes das primeiras etapas, resultando em distintas estruturas do material (STEINS et. al, 2012). As aplicações dos geopolímeros, de acordo com sua relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ são apresentadas no Quadro 1.

Quadro 1. Aplicações dos geopolímeros de acordo com sua relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Aplicação	Estrutura molecular	NATUREZA POLIMÉRICA ↓
2	Tijolos; cerâmicas; proteção anti-fogo.	$(-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-)$	
4	Cimentos e concretos com baixa emissão de CO_2 ; encapsulamento de resíduos tóxicos e radioativos.	$(-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-)$	
6	Proteção anti-fogo (compósitos com fibras); compósitos resistentes ao fogo (200°C a 1000°C); equipamentos para fundição; ferramentas para aeronáutica (Titanium Process).	$(-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-)$ O -Si- O	
> 6	Selantes para indústria (200°C a 600°C); ferramentas para aeronáutica (SPF Aluminium).	$(-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-)$ O -Si- O (F, SiO_2)	
40-70	Resistente ao fogo e à altas temperaturas (compósitos com fibras)	-Si-O-Si-O-Si-O-Si-O-Si-O- O -Al- O -Si-O-Si-O-Si-O-Si-O-Si-O-	

Fonte: Adaptado de Davidovits (2002)

A partir do Quadro 1, é possível concluir que a aplicação dos materiais geopoliméricos obtidos varia de acordo com a sua natureza polimérica, ou seja, quanto maior é a característica geopolimérica do material, mais sofisticadas são suas aplicações, possuindo relações molares $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ superiores. Consequentemente, as relações molares inferiores podem ser atribuídas à obtenção de materiais considerados de baixo custo em relação às aplicações mais finas, onde geralmente são utilizados aluminossilicatos com relação atômica $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ entre 1 e 3 (DAVIDOVITS, 1998).

Obtendo estrutura tridimensional similar às zeólitas e feldspatoides, os geopolímeros com baixa relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, favorecem as aplicações de estabilização, encapsulamento e solidificação de resíduos tóxicos e radioativos, devido à propriedade de intercâmbio iônico (HERMANN et. al, 1999). Baixas

relações também foram encontradas em pesquisas envolvendo propriedades térmicas de compósitos geopoliméricos, uma vez que é uma propriedade do geopolímero o alto grau de estabilidade térmica, apesar de ser uma propriedade diretamente proporcional à sua natureza polimérica (WANG et. al, 2017; KAMSEU et. al, 2010; JIAO et. al, 2013). Pesquisas envolvendo a aplicação de isolamento térmico para geopolímeros utilizam, geralmente, razões $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ compreendidas no intervalo entre 1,0 e 10,0 (RICKARD et. al, 2013; LYNCH et. al, 2018), apesar de seus efeitos na microestrutura porosa e propriedades térmicas serem pouco discutidos (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017).

Segundo Barbosa e Mackenzie (2003), que estudaram geopolímeros produzidos com metacaulim e KOH, geopolímeros com baixas relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ apresentam estabilidade térmica similar aos produzidos com altas relações, possuindo ponto de fusão elevado, diferenciando-se apenas por apresentarem uma estrutura porosa quando submetidos a temperaturas superiores a 1200°C . Para os mesmos pesquisadores, a estabilidade térmica estaria associada à processos de recristalização, sendo menos completos em amostras ricas em SiO_2 .

Para a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de estruturas geopoliméricas, valores inferiores a 1 resultariam quimicamente em dois tetraedros vizinhos de alumínio, apesar de que ligações Al-O-Al não seriam realizáveis, uma vez que os átomos de silício provocariam repulsão na rede, limitando a 1 o menor valor de relação exequível, segundo a Regra de Lowenstein (SANTA, 2016; LOIOLA et. al, 2010). Além disso, no processo de geopolimerização, a presença de alumínio na rede ocasiona um déficit de carga entre as ligações, fazendo-se necessário que exista uma compensação, a fim de que a neutralidade seja alcançada (SANTA, 2016).

3.2 AGENTES FORMADORES DE POROS

A inserção de obstáculos físicos na constituição da espuma geopolimérica é um elemento crucial na melhoria das propriedades térmicas do próprio material, sendo assim, isolantes térmicos possuem um grande número de interfaces ou volume de fase gasosa, elementos que podem reduzir significativamente a transferência de energia térmica através de um gradiente de temperatura (RUCKDESCHEL et. al, 2017; SAYGILI, BAYKAL, 2011). Em outras palavras, a

presença de porosidade nos materiais isolantes térmicos pode alongar o caminho da transferência de calor (LIANG et. al, 2017)

A inserção de agentes formadores de poros em materiais é capaz de limitar, de forma bastante eficiente, a transmissão térmica por meio da condução, convecção e radiação (JIA et. al, 2018). Outra vantagem do desenvolvimento de uma estrutura porosa para aplicação de isolamento térmico, é a redução significativa da densidade dos materiais, apesar de que, em alta quantidade pode comprometer seu desempenho mecânico (LIANG et. al, 2017). A adição de um agente espumante em um ligante, dando origem a um material compósito, pode criar uma relação capaz de desenvolver simultaneamente as propriedades de desempenho mecânico e densidade (ZHENG et. al, 2015; LIANG et. al, 2017; LI et. al, 2009).

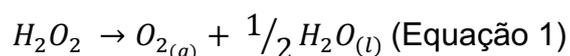
Pesquisas recentes foram desenvolvidas aplicando-se incorporadores de poros em materiais para isolamento térmico, entre esses materiais, destaca-se o aerogel (LUO et. al, 2017; LIU et. al, 2016; FENG et. al, 2016; SANZ-PONT et. al, 2016), utilizado em diversas pesquisas. Embora eficiente, o aerogel apresenta algumas limitações, como por exemplo, a influência negativa na resistência à compressão, dificuldade de incorporação e alto custo de fabricação, onde a solução destas deficiências tem sido uma busca da comunidade científica (JIA et. al, 2018).

Na inclusão de agentes espumantes e formadores de poros em materiais geopoliméricos, destaca-se a utilização de partículas de poliestireno (PP) (DUAN et. al, 2017), perborato de sódio (NaBO_3) (ABDOLLAHNEJAD et. al, 2015), fibras de polipropileno (RICKARD et. al, 2013), pó de alumínio (LYNCH et. al, 2018; KAMSEU et. al, 2015; ALGHAMDI et. al, 2018), espumas de ar e microesferas ocas (SHAO et. al, 2018), azeite (BAI et. al, 2018), proteína (HUANG et. al, 2018; VERDOLOTTI et. al, 2015), resíduos de vidro (NOVAIS et. al, 2016; HUISKES et. al, 2016; DEMBOVSKA et. al, 2017), cinzas de incineração (CHEN et. al, 2016; ZHU et. al, 2018), SiO_2 em pó (ROVIELLO et. al, 2017), SiC em pó (GUALTIERI et. al, 2016), calcário (GUALTIERI et. al, 2015), pó de Si (LANDI et. al, 2013; PAPA et. al, 2016), e hipoclorito de sódio (BOKE et. al, 2015).

Entre os materiais utilizados em geopolímeros, também se destaca a utilização do peróxido de hidrogênio (H_2O_2). Solução aquosa geralmente incolor, o H_2O_2 é comercialmente conhecido como água oxigenada, espécie reativa de

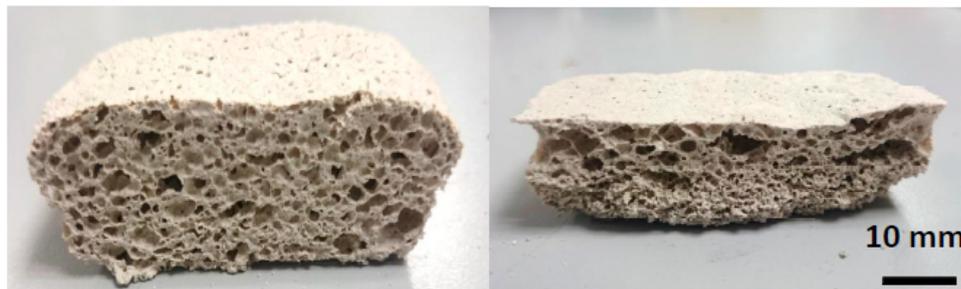
oxigênio, cuja formação é determinada a partir da redução de dois elétrons de oxigênio. É caracterizado por ser uma substância deletéria, na qual OH é produzido a partir de reações possibilitadas pela ausência de dois elétrons na camada de valência, apesar de não possuir um radical livre (FERREIRA; MATSUBARA, 1997).

O peróxido de hidrogênio possui diversas aplicações na indústria, entre setor alimentício, cosméticos, produtos de higiene pessoal e desinfetantes hospitalares, síntese de polímeros e plásticos e também, em tecnologias de tratamento de água e esgoto. O H_2O_2 pode ser obtido na indústria através de geração eletroquímica e da reação de redução do oxigênio, entre outras técnicas industriais (SILVA, 2018). Sendo um material quimicamente instável, dada a quantidade considerável de H^+ no ambiente ácido de sua reação, o peróxido de hidrogênio passa por um processo de decomposição logo após sua produção, produzindo água e oxigênio, conforme a Equação 1:



Devido a produção de oxigênio, o H_2O_2 tende a promover a formação de poros dentro da matriz geopolimérica, cujo impacto e controle de porosidade são itens a serem investigados. Essa produção de oxigênio em meio alcalino, presente no processo de geopolimerização, tende a promover vazios grosseiros, uma vez que a alta alcalinidade tende a catalisar a decomposição do peróxido, onde estabilização da reação e melhoramento da formação de poros é possível com a utilização de uma solução de silicato de sódio (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017). Alguns autores utilizaram o peróxido de hidrogênio em geopolímeros produzidos com caulim calcinado e diferentes ativadores alcalinos (PALMERO et. al, 2015), cinza volante (ABDOLLAHNEJAD, 2015; NOVAIS et. al, 2016; MASI et. al, 2015), zeólita natural e pó de alumínio (LYNCH et. al, 2018), solo (ZAIDI et. al, 2017), lama vermelha (LEMOUGNA et. al, 2017) e escória granulada (SAHIN et. al, 2018). A Figura 3 representa uma comparação de aspecto físico entre geopolímeros sintetizados com metacaulim e cinzas de biomassa em diferentes proporções, contendo um percentual de 5% de peróxido de hidrogênio.

Figura 3 - Aspecto físico de geopolímeros contendo H_2O_2 em sua composição



Fonte: Murri et al. (2017)

Nas pesquisas envolvendo o metacaulim como precursor geopolimérico e o peróxido de hidrogênio como agente formador de poros, também foram utilizados elementos auxiliares e/ou resíduos industriais, tais como, misturas de cinza volante e metacaulim (WU et. al, 2018), partículas de SiC (BAI et. al, 2018), pó de silício (LANDI et. al, 2013) e cinzas de biomassa (MURRI et. al, 2017). Ainda envolvendo o precursor metacaulim e o agente H_2O_2 , foi utilizado como elemento da solução ativadora KOH (BAI et. al, 2018). Hajimohammad et. al (2017) estudou o efeito da inclusão de peróxido de hidrogênio em argamassas geopoliméricas produzidas com areia, metacaulim e NaOH nas relações SiO_2/Al_2O_3 de 3,5 e 4,5 com 10% de adição de H_2O_2 e utilização de um surfactante comercial a fim de melhorar a distribuição dos poros na concentração de 0,5%, para avaliação da condutividade térmica, na qual obteve resultados significativos, porém não conseguiu estabelecer uma relação entre densidade e condutividade térmica.

3.3 ESTABILIZAÇÃO DOS POROS NA MATRIZ GEOPOLIMÉRICA

A decomposição do peróxido de hidrogênio dentro da matriz geopolimérica ocorre de forma desenfreada, produzindo calor e provocando um aumento considerável do volume do material, que devido a saída do gás resultante da reação, ocasiona a formação de bolhas e vazios na matriz (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017; A reação exotérmica da própria síntese geopolimérica, associada a decomposição do H_2O_2 dificulta a homogeneidade dos poros a serem formados devido à violenta saída das bolhas de O_2 , tornando necessária a utilização de materiais estabilizadores, uma vez que o principal problema na preparação das

espumas de geopolímero é a má distribuição dos poros e densidade não-homogênea (LYNCH et. al, 2018).

Foram utilizados como agentes estabilizadores surfactante comercial (MASI et. al, 2015; HAJIMOHAMMADI et. al, 2017; ROVIELLO et. al, 2017), azeite e diversos tipos de óleos vegetais (BAI et. al, 2018), estearato de cálcio (SHAO et. al, 2018; WU et. al, 2018), assim como resíduos de usina siderúrgica (DEMBOVSKA et. al, 2017) e proteína (VERDOLOTTI et. al, 2015).

Apesar da forte utilização dos estabilizadores nas espumas geopoliméricas, a estrutura dos poros e demais propriedades do geopolímero poroso não são determinadas apenas pela escolha do espumante e pela adição do estabilizante, uma vez que os parâmetros que circundam a porosidade também sofrem influência de parâmetros adicionais, tais como composição do geopolímero, viscosidade da pasta, tempo de preparação, entre outros (BAI; COLOMBO, 2018). Hajimohammadi et. al (2017) estudou diferentes projetos de mistura da pasta geopolimérica e seus efeitos na porosidade de espumas geopoliméricas, utilizando metacaulim como precursor geopolimérico, peróxido de hidrogênio como agente formador de poros e surfactante comercial como estabilizador, concluindo que a presença de uma quantidade maior de silicato de sódio presente na mistura resulta em uma decomposição mais estável do H_2O_2 .

3.4 COMPORTAMENTO TÉRMICO DOS MATERIAIS GEOPOLIMÉRICOS

3.4.1 Resistência ao choque térmico

As tensões térmicas, a que um corpo qualquer é submetido, podem ser definidas como o resultado das variações de temperatura, com rápido aquecimento ou arrefecimento, onde a mudança de temperatura ocorre de forma mais rápida na superfície do que no interior do determinado material, ou seja, quando ocorre um gradiente de temperatura. Situações de aquecimento provocam expansão no material, que por sua vez, provocam tensões. Uma vez que o material possui um gradiente de temperatura, as tensões provocadas não ocorrem de forma homogênea e são aliviadas por deformação plástica, que, a depender da resistência ao choque térmico do material, pode provocar fissurações, propagação

de trincas e falha do material (CALLISTER JR., 2002; MELLO; BRESSIANI, 2016). Para avaliação da propriedade de resistência ao choque térmico, geralmente são adotadas metodologias simples, que consistem no aquecimento do material em altas temperaturas para posterior avaliação (MELLO; BRESSIANI, 2016; QUINTELA et. al, 2001). A magnitude da tensão térmica é determinada através da Equação 4.

$$\sigma = E \alpha_1 \Delta T \text{ (Equação 4)}$$

Onde E representa o módulo de elasticidade do material, α_1 representa o coeficiente linear de expansão térmica e ΔT representa a variação de uma temperatura T_0 para T_f (CALLISTER JR, 2002).

A massa específica e a porosidade do material são propriedades intimamente relacionadas com sua resistência ao choque térmico, apesar da propriedade resultar da combinação dos efeitos causados pela microestrutura e das propriedades térmicas em função da temperatura (SANTOS; RODRIGUES, 2004). Para os materiais dúcteis, a deformação plástica tende a aliviar as tensões provocadas pelo gradiente de temperatura, já para os materiais frágeis, como a maioria das cerâmicas, o mesmo não ocorre, fazendo com que a possibilidade de fratura seja maior no material quando sujeito a esse tipo de tensão. Materiais que possuem elevada resistência à fratura σ_f , elevada condutividade térmica k, e reduzidos módulos de elasticidade E e coeficientes de expansão térmica α_1 , tendem a possuir uma maior resistência ao choque térmico (RCT) (CALLISTER, JR., 2002), de acordo com a Equação 5.

$$RCT = \frac{\sigma_f k}{E \alpha_1} \text{ (Equação 5)}$$

A presença de uma fase vítrea de alta viscosidade no material pode aliviar as tensões e reduzir os danos que podem ser provocados pelo choque térmico em temperaturas que envolvam a fase de transição vítrea (SANTOS, RODRIGUES, 2004).

A resistência ao choque térmico de geopolímeros foi estudada por Narayanan e Shanmugasundaram (2018), que não encontraram danos causados pela variação térmica em telhas geopoliméricas não porosas, produzidas com cinza volante, hidróxido de sódio e silicato de sódio, contendo TiO_2 e fibras de basalto como agente formador de poros, após submeter o material a um gradiente de temperatura entre 15 e 145°C, indicando o material para aplicações com variações bruscas de temperatura. Nazari et. al (2019) comparou o desempenho de concretos de cimento Portland e concretos geopoliméricos produzidos com cinza volante, onde os concretos geopoliméricos obtiveram melhores resultados, mantendo sua microestrutura e sua resistência mecânica quando submetidos à variação de temperatura entre o ar e a refrigeração por água.

3.4.2 Expansão térmica de materiais

A expansão térmica pode ser definida como a variação dimensional que um determinado material sofre quando submetido a uma variação de temperatura, uma vez que a maioria dos materiais se expandem durante um aquecimento do meio e se retraem durante um resfriamento do mesmo. Do ponto de vista atômico, o fenômeno da expansão térmica pode ser entendido como a ocorrência de uma variação na distância média entre os átomos em função do aumento da temperatura (RODRIGUES, 2005). A variação dimensional de um corpo em função da temperatura pode ser calculada segundo a Equação 9.

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \alpha_v \Delta T \text{ (Equação 6)}$$

Onde α_v simboliza o coeficiente volumétrico de expansão térmica, que pode ser anisotrópico para muitos materiais e para materiais isotrópicos equivale a aproximadamente $3\alpha_l$, onde α_l representa o coeficiente linear de expansão térmica (CALLISTER JR., 2002). Ma e Dehn (2017) avaliaram a expansão térmica de concreto geopolimérico à base de cinzas volantes, no qual obtiveram valores de deformações muito pequenos durante a cura aquecida e nenhuma deformação posterior a esse processo, atestando a alta estabilidade volumétrica do material sob condições seladas.

Teste de chama foi realizado por Narayanan e Shanmugasundaram (2018), em geopolímeros produzidos com cinza volante, TiO_2 e fibras de basalto como agente formador de poros. A Figura 4 mostra o aspecto visual dos geopolímeros produzidos após um período de 10 minutos em contato com a chama.

Figura 4 - Teste de chama sendo realizado (a) e área de influência nos geopolímeros produzidos (b)



Fonte: Adaptado de Narayanan e Shanmugasundaram (2018)

Os geopolímeros estudados por Narayanan e Shanmugasundaram (2018), mostraram bons resultados, mantendo a integridade do material, em contato com a chama, que atingiu 300°C , para o geopolímero puro, contendo aditivo de TiO_2 e contendo, além do aditivo, fibras de basalto. O melhor resultado foi obtido pelo geopolímero contendo aditivo e fibras, que além de não mostrarem fissuras, não mostraram a presença de eflorescência.

3.5 PRODUÇÃO DE GEOPOLÍMEROS POROSOS NA COMUNIDADE CIENTÍFICA

Sendo um material atraente do ponto de vista ambiental e científico, pesquisas recentes foram realizadas para estudar aplicações dos materiais geopoliméricos para produção de isolamento térmico. As pesquisas encontram-se listadas nas Tabelas 3 e 4.

Tabela 3 - Materiais utilizados e dados de resistência à compressão e condutividade térmica obtidos em pesquisas recentes (Parte 1)

Autor	Precursor geopolimérico	Solução ativadora	Agente espumante	Agente estabilizador	Relação Si/Al	Aspecto da porosidade	Resistência à compressão (MPa)
Pickard et. al (2013)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	Fibras de polipropileno + Alumínio em pó	Não utilizado	1,75	Grosseiro	5,00 a 10,00
Landi et. al (2013)	Metacaulim	KOH + Silicato de potássio	Pó de silício	Não utilizado	4,00	Irregular	-
Palmero et. al (2015)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂	Esferas de vidro expandido	4,00	Homogêneo	1,83 a 5,21
Abdollahnejad et. al (2015)	Cinza volante	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂ + NaBO ₃	Não utilizado	3,05	Não avaliado	6,00
Masi et. al (2015)	Cinza volante	NaOH + Aluminato de sódio	H ₂ O ₂	Surfactante comercial	2,00	Não avaliado	-
Kamseu et. al (2015)	Metacaulim + Cinzas de arroz e cinza vulcânica	NaOH + Silicato de sódio	Pó de alumínio	Não utilizado	2,00 e 3,00	Homogêneo	-
Verdolotti et al (2015)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	Silício metálico	Proteína	-	Homogêneo	0,025 a 4,30
Novais et. al (2016)	Cinza volante + Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂ + Resíduo de vidro	Não utilizado	3,10	Irregular	1,40 a 9,00
Chen et. al (2016)	Cinzas de incineração	NaOH + Silicato de sódio	Cinzas de incineração	Não utilizado	-	Irregular	1,28 a 2,26
Gualtieri et al (2016)	Cinza volante	NaOH + Silicato de sódio	SiC em pó	Não utilizado	-	Irregular	-
Papa et. al (2016)	Metacaulim	NaOH e KOH	Sílica ativa	Não utilizado	3,82 e 5,65	Irregular	-
Duan et. al (2017)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	Poliestireno + H ₂ O ₂	Não utilizado	-	Grosseiro	3,00 a 4,25
Hajimohammadi et al (2017)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂	Surfactante comercial	3,50 e 4,50	Homogêneo	0,40 a 0,80
Zaidi et. al (2017)	Solo	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂	Não utilizado	2,80	Irregular	2,41
Roviello et. al (2017)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	SiO em pó	Surfactante comercial	3,50	Homogêneo	0,05 a 11,00

Fonte: A Autora (2021)

Tabela 4 - Materiais utilizados e dados de resistência à compressão e condutividade térmica obtidos em pesquisas recentes (Parte 2)

Autor	Precursor geopolimérico	Solução ativadora	Agente espumante	Agente estabilizador	Relação Si/Al	Aspecto da porosidade	Resistência à compressão (MPa)
Dembovska et. al (2017)	Metacaulim residual	NaOH + Silicato de sódio	Resíduo de vidro, aço e reciclagem de sucata de alumínio	Resíduos de usina siderúrgica	-	Homogêneo	1,10 a 2,00
Murri et. al (2017)	Metacaulim	KOH + Silicato de potássio	Cinzas de biomassa + H ₂ O ₂	Não utilizado	4,00	Irregular	0,61
Lynch et. al (2018)	Zeólita natural	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂ e Alumínio em pó	Não utilizado	3,16 a 9,76	Irregular	0,80 a 5,70
Shao et. al (2018)	Cinza volante	NaOH + Silicato de sódio	Incorporação de ar + Microesferas ocas	Estearato de cálcio	-	Homogêneo	0,40 a 1,75
Bai et al (2018)	Metacaulim	KOH + Partículas de SiC	H ₂ O ₂	Azeite	3,53	Homogêneo	1,10
Huang et. al (2018)	Cinza volante	NaOH + Silicato de sódio	Proteína	Não utilizado	-	Não avaliado	0,51
Bai et al (2018)	Metacaulim	KOH + Silicato de potássio	H ₂ O ₂	Óleo vegetal	3,53	Homogêneo	0,30 a 11,60
Wu et. al (2018)	Cinza volante + Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂	Estearato de cálcio	-	Homogêneo	0,68 a 2,23
Narayanan (2018)	Cinza volante	NaOH + Silicato de sódio	TiO ₂ + Naftalina	Não utilizado	-	Grosseiro	19,50 a 30,00
Zhu et. al (2018)	Metacaulim	NaOH + Silicato de sódio	Cinzas de incineração	Não utilizado	3,20	Irregular	5,50
Sahin et. al (2018)	Escória granulada	NaOH + Silicato de sódio	H ₂ O ₂	Não utilizado	-	Não avaliado	0,5 a 30,00
Alghamdi et al (2018)	Metacaulim	KOH + Silicato de potássio	Alumínio e silício em pó	Não utilizado	4,00	Grosseiro	3,50 a 4,60

Fonte: A Autora (2021)

Nas Tabelas 3 e 4, são mostrados os autores, materiais utilizados e resultados obtidos nas pesquisas que avaliaram as propriedades térmicas de geopolímeros porosos. Destaca-se a utilização de diversos materiais como agente espumante, como por exemplo, fibras de polipropileno, alumínio em pó, pó de silício, sílica ativa, resíduo de vidro, proteínas, cinzas de incineração, partículas de poliestireno, microesferas ocas e dióxido de titânio e naftalina, cujos geopolímeros utilizaram diferentes precursores e uma faixa de relação SiO₂/Al₂O₃ entre 1,0 e 10,0, obtendo valores de condutividade térmica entre 0,028 e 0,80 W/mK. Sendo o menor valor encontrado na literatura para a utilização de partículas de poliestireno e

peróxido de hidrogênio (DUAN et. al, 2017) e o maior valor para a utilização de dióxido de titânio e naftalina (NARAYANAN et. al, 2018).

O peróxido de hidrogênio como formador de poros aparece em diversas pesquisas, combinado a outros materiais, como por exemplo, esferas de vidro expandido, perborato de sódio, poliestireno, cinzas de biomassa, alumínio em pó, azeite, óleo vegetal e surfactante comercial, com a finalidade de distribuir os poros de forma homogênea (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017; MASI et. al, 2015), incorporar subprodutos (MURRI et. al, 2017; BAI et. al, 2018a; BAI et. al, 2018b) e/ou intensificar o efeito isolante com a incorporação de isolantes tradicionais (DUAN et. al, 2017).

As pesquisas que utilizaram somente o peróxido de hidrogênio como agente espumante descreveram potencial de utilização do geopolímero como isolante térmico, cujas condutividades térmicas avaliadas se encontraram em uma faixa de valores compreendidas entre 0,0622 a 0,36 W/mK, (NOVAIS et. al, 2016; ZAIDI et. al, 2017; WU et. al, 2018; SAHIN et. al, 2018).

Novais et. al (2016) produziram geopolímeros leves utilizando cinza volante e metacaulim como precursores geopoliméricos combinados, e H_2O_2 como agente espumante, nos percentuais de 0,03; 0,15; 0,30; 0,90; e 1,20%, e relação SiO_2/Al_2O_3 constante. Foi avaliada a resistência à compressão e porosidade através de absorção de água, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e superfície específica através de BET. Também se analisou dados de termogravimetria e condutividade térmica. Os resultados demonstraram que o teor de peróxido de hidrogênio determina as propriedades físicas tais como porosidade, resistência mecânica e condutividade térmica.

Zaidi et. al (2017) utilizou solo como precursor geopolimérico e H_2O_2 como agente espumante. Os autores analisaram os dados de condutividade térmica, densidade, resistência à compressão e porosidade, através de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados concluíram que condutividade térmica de geopolímeros porosos é inversamente proporcional à porosidade e resistência à compressão.

Wu et. al (2018) produziu geopolímeros porosos utilizando uma mistura de cinza volante e metacaulim como precursor geopolimérico e H_2O_2 como agente espumante. Os autores analisaram dados de densidade e condutividade térmica do

material obtido. Os resultados apresentaram, para os geopolímeros com idade de 7 dias, densidades entre 150 kg/m³ e 300 kg/m³, cujos tamanhos de poro variaram entre 0,57 mm e 1,13 mm e porosidade entre 71,8 e 84,5%. Os valores de resistência mecânica obtidos pelos geopolímeros foram superiores a materiais produzidos com cimento Portland com a mesma densidade. Os autores também concluíram que a temperatura de cura de 55°C, por 12 horas pareceu melhorar a resistência à compressão, comparado aos resultados obtidos com a cura ambiente à 25°C durante o mesmo período de tempo.

Sahin et. al (2018) estudaram concretos leves utilizando escória granulada ativada por álcali e H₂O₂ como agente formador de poros. Os autores estudaram diferentes condições de cura e avaliaram os seus efeitos na porosidade do material e condutividade térmica. Concluiu-se que os materiais obtidos apresentaram resistência considerada suficiente à cura ambiente, porém a cura úmida à 80°C demonstrou benéfica, elevando a resistência à compressão consideravelmente.

As relações SiO₂/Al₂O₃ utilizadas nas pesquisas utilizando o peróxido de hidrogênio como agente espumante variaram entre 2,0 e 4,5, apesar dos resultados de condutividade térmica não estarem correlacionados entre si, apresentando variações significativas. Murri et. al (2017) obteve um valor de 0,073 W/mK com uma relação SiO₂/Al₂O₃ de 4,0, ao passo em que Palmero et. al (2015) obteve resultados entre 0,11 e 0,17 W/mK com a mesma relação e o mesmo precursor geopolimérico. Tal fato pode estar associado à utilização de materiais distintos associados ao H₂O₂ e/ou à solução ativadora, porém, a influência da relação SiO₂/Al₂O₃ associada ao agente espumante na condutividade térmica de geopolímeros porosos permanece incerta, assim como a análise de outras propriedades térmicas, como por exemplo, resistência ao choque térmico, capacidade calorífica, difusividade térmica e expansão térmica.

Quanto ao aspecto da porosidade das espumas obtidas, os estudos que utilizaram materiais estabilizadores garantiram a distribuição homogênea dos poros (PALMERO et. al, 2015; VERDOLOTTI et. al, 2015; HAJIMOHAMMADI et. al, 2017; ROVIELLO et. al, 2017; DEMBOVSKA et. al, 2017; SHAO et. al, 2018; BAI; COLOMBO et. al, 2018; WU et. al, 2018) enquanto as pesquisas que não utilizaram tiveram resultados avaliados em suas conclusões como grosseiros ou irregulares (RICKARD et. al, 2013; LANDI et. al, 2013; NOVAIS et. al, 2016; CHEN et. al, 2016;

GUALTIERI et. al, 2016; PAPA et. al, 2016; DUAN et. al, 2017; ZAIDI et. al, 2017; MURRI et. al, 2017; LYNCH et. al, 2018; NARAYANAN et. al, 2018; ZHU et. al, 2018; ALGHAMDI et. al, 2018).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS UTILIZADOS

No desenvolvimento desta pesquisa, para produção dos geopolímeros porosos, foi utilizado como precursor geopolimérico o metacaulim, e como solução ativadora, hidróxido de potássio, metassilicato de sódio e água destilada. Como agente formador de poros foi utilizado peróxido de hidrogênio. As especificações dos materiais utilizados são apresentadas no Quadro 2.

Quadro 2 - Especificação dos materiais

	Material	Especificação	Procedência
Precursor	Metacaulim	Metacaulim HP Ultra	Metacaulim do Brasil, Indústria e Comércio LTDA
Solução ativadora	Hidróxido de potássio	Hidróxido de Potássio (PA) (lentilhas) 500g	Química Moderna
	Metassilicato de sódio pentahidratado	-	Pernambuco Química S/A
	Água destilada	-	LQ - Laboratório de Química da UFPE
Agente formador de poros	Peróxido de hidrogênio	Peróxido de hidrogênio PA	Química Moderna

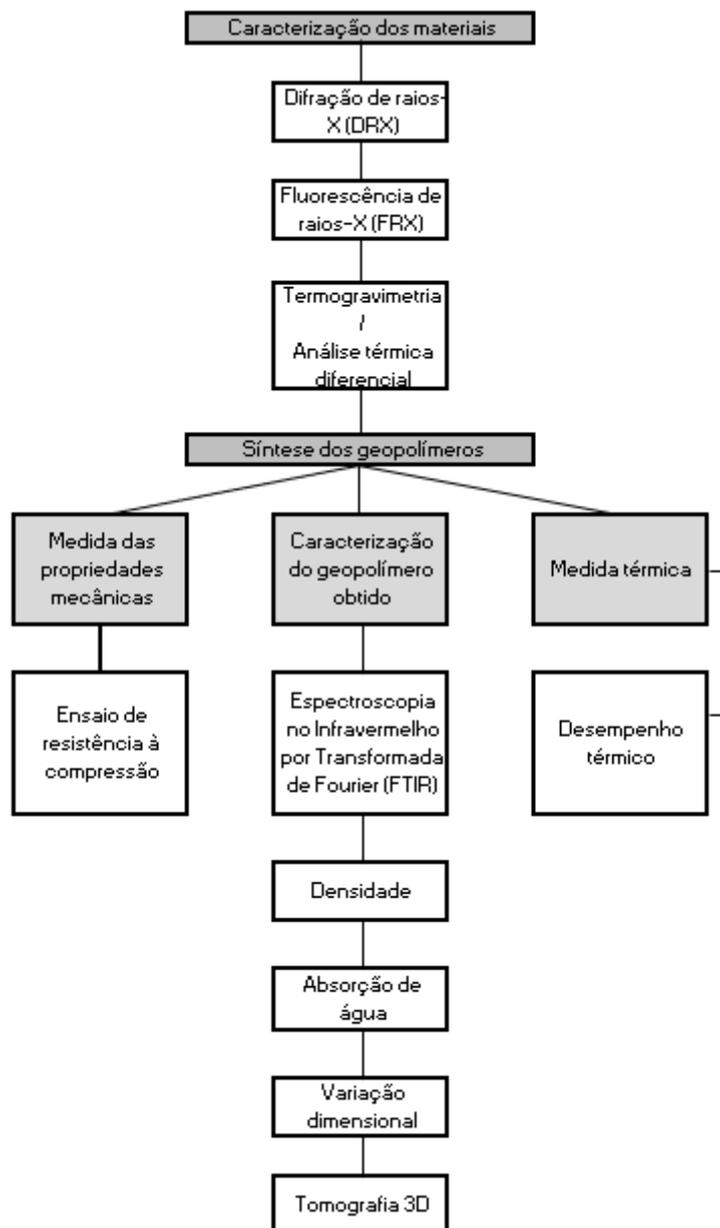
Fonte: A Autora (2021)

4.2 MÉTODOS

A metodologia desta pesquisa foi adotada com a finalidade de alcançar a realização dos objetivos geral e específicos, resultando na produção de um

geopolímero poroso com propriedades favoráveis ao isolamento térmico. O processo metodológico encontra-se descrito no Fluxograma 1.

Fluxograma 1 - Processo metodológico



Fonte: A Autora (2021)

Os experimentos de caracterização dos materiais, utilizados na produção das amostras e do material geopolimérico obtido, assim como a produção das amostras e realização dos ensaios de obtenção das propriedades térmicas foram realizados no Laboratório de Química, Laboratório de Física da UFPE Campus Caruaru e Departamento de Energia Nuclear (DEN) UFPE Campus Recife. Os

experimentos de obtenção das propriedades mecânicas foram realizados no Laboratório de Construção Civil da UFPE Campus Caruaru.

4.2.1 Caracterização química dos materiais

O precursor geopolimérico, metacaulim, foi caracterizado através da Difração de Raios-X, da Fluorescência de Raios-X e da Termogravimetria, na qual se pretende avaliar a cristalinidade, a composição química e a decomposição do material, respectivamente. A partir da composição química do Metacaulim onde são obtidos os percentuais de SiO_2 e Al_2O_3 , desde que avaliada a qualidade de sua estrutura cristalina e sua perda de massa, é possível quantificar a proporção entre os materiais, a fim de serem atingidas as relações químicas desejadas.

A descrição dos equipamentos e condições experimentais utilizadas encontram-se descritas no Quadro 3.

Quadro 3 - Equipamentos e condições experimentais para caracterização dos materiais

Técnica de caracterização	Equipamento	Condições experimentais
Difração de Raios-X (DRX)	MiniFlex 600 Marca: Rigaku Corporation	Radiação $\text{CuK}\alpha$ (40 kV/30 mA). Velocidade do goniômetro de $0,02^\circ$. 2θ por passo. Tempo de contagem de 1s/pass.o Coleta de 10 a $80^\circ 2\theta$.
Fluorescência de Raios-X (FRX)	Primini Marca: Rigaku Corporation	-
Termogravimetria/Análise térmica diferencial (TGA/DTG)	STA 2500 Regulus Marca: NETZSCH	Taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até 900°C . N_2 a $50\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

Fonte: A Autora (2021)

4.2.2 Síntese dos geopolímeros

As amostras foram produzidas de acordo com as variáveis escolhidas, conforme estudo preliminar, de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e percentual de peróxido de hidrogênio. Foram produzidas um total de nove amostras, cujas relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ são de 2,0; 2,5 e 3,0; e percentuais de inserção de H_2O_2 de 1,5%, 3,0% e 6,0%, na qual se pretende avaliar a influência das duas variáveis nos desempenhos térmicos e mecânicos dos geopolímeros obtidos. As descrições e especificações das amostras a serem produzidas encontram-se no Quadro 4.

Quadro 4 - Especificação das amostras

Percentual de H_2O_2	Relação Si/Al		
	2,0	2,5	3,0
	Descrição das amostras		
1,50%	GP-2,0-1,5%	GP-2,5-1,5%	GP-3,0-1,5%
3,00%	GP-2,0-3,0%	GP-2,5-3,0%	GP-3,0-3,0%
6,00%	GP-2,0-6,0%	GP-2,5-6,0%	GP-3,0-6,0%

Fonte: A Autora (2021)

Na preparação da solução ativadora, fase líquida utilizada na produção das amostras, foram utilizados KOH previamente diluído em água destilada acrescida ao Metassilicato, nas proporções devidas para obtenção final das relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ para cada amostra. A solução ativadora, composta por KOH + H_2O + MSS, foi deixada em agitação com auxílio de agulha magnética por 24 horas, e em seguida, misturada à parte sólida composta pelo Metacaulim, nas proporções $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ desejadas. Por último, a quantidade de H_2O_2 , pré-definida em percentual de massa, foi inserida.

A mistura foi realizada mecanicamente, através de um agitador mecânico, à uma rotação de 300 rpm, durante 1 minuto. Os corpos de prova cilíndricos foram produzidos de PVC, de dimensões 25x50mm e 50x100mm, cujas amostras tiveram suas extremidades envolvidas por bexigas de látex, de forma que a superfície final seja adequada para o ensaio de resistência à compressão, além de proteger o material da saída de água.

A cura das amostras foi realizada em estufa a 50°C, durante as primeiras 24 horas, uma vez que a cura à quente foi relatada por Huang et. al (2018) e Wu et. al (2018), como a técnica mais eficiente para melhoramento da resistência à compressão de materiais porosos para isolamento térmico, uma vez que a temperatura pouco afeta a porosidade e a condutividade térmica, apesar de aumentar significativamente as propriedades mecânicas. Um efeito negativo na resistência à compressão foi observado por Wu et. al (2018) para amostras curadas à temperatura superior de 55°C, além disso, segundo Yun-Ming (2016), temperaturas inferiores à temperatura ambiente, resultariam em um processo de geopolimerização mais longo, necessitando de pelo menos um dia para definição da microestrutura, sendo a temperatura um fator proporcional à velocidade das reações.

4.2.3 Caracterização dos materiais geopoliméricos obtidos

Os materiais geopoliméricos obtidos foram caracterizados através de observações físicas que consistem em determinação da densidade, absorção de água e variação dimensional, além análise química através da Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), e Tomografia 3D, de forma que foi possível realizar a análise de sua microestrutura e características dos poros obtidos.

A descrição dos equipamentos e condições experimentais encontram-se descritas no Quadro 5.

Quadro 5 - Equipamentos e condições experimentais para caracterização dos materiais geopoliméricos obtidos.

Técnica de caracterização	Equipamento	Condições experimentais
Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	IR Prestige-21 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer Marca: SHIMADZU	Faixa espectral em 4000 para 400 cm ⁻¹ . Pastilhas de KBr.

Tomografia 3D	NIKON XT H 225 ST	Alvo de reflexão de 225 kV Alvo de transmissão de 180 kV Alvo rotativo opcional de 225 kV
---------------	-------------------	---

Fonte: A Autora (2021)

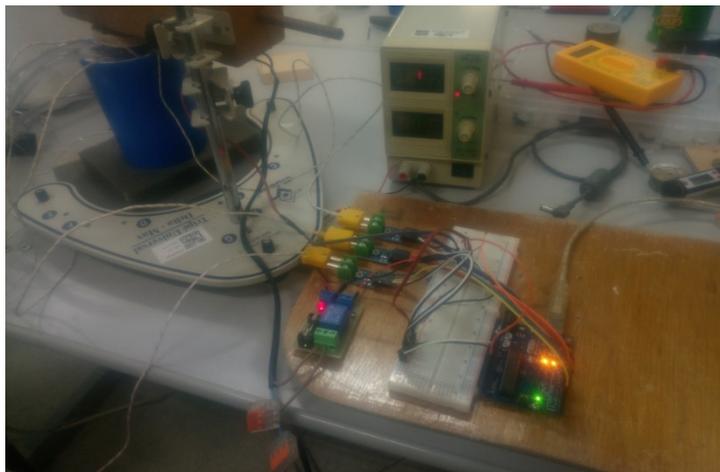
4.2.4 Ensaio de resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão das amostras foi realizado em prensa hidráulica EMIC DL 20000 com célula de 200kN, na idade de 7 dias, em triplicata para cada geopolímero determinado no Quadro 4, a partir da data de produção das amostras porosas. As amostras utilizadas nesse experimento foram cilíndricas e possuirão dimensões de 25x50mm.

4.2.5 Estudo térmico

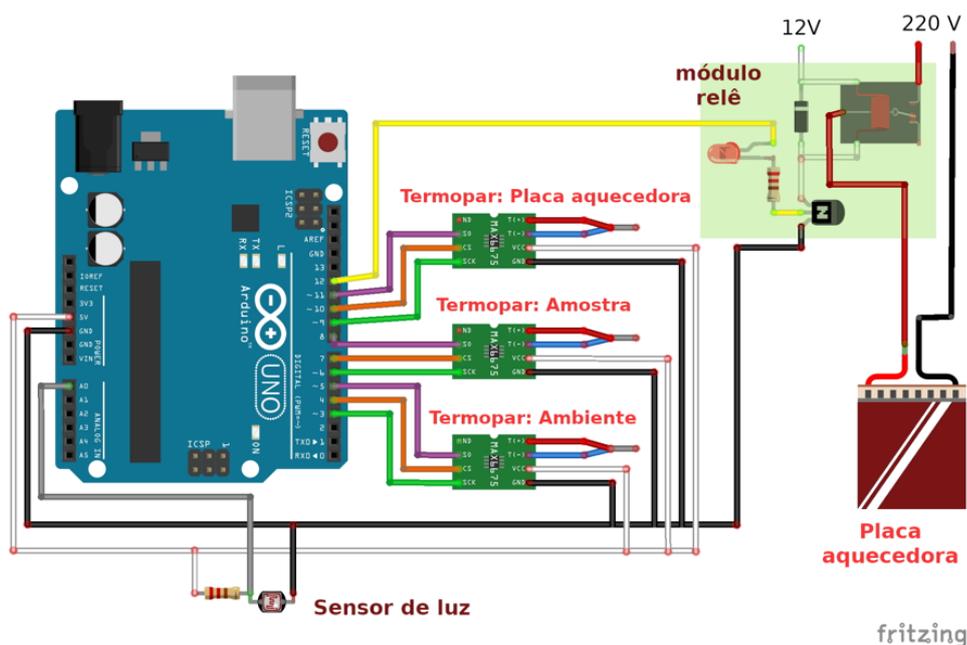
Com o objetivo de avaliar o impacto da inserção de poros na capacidade de transferência de calor em geopolímeros produzidos com diferentes condições de síntese investigadas (razões molares sílica/alumina e percentual de peróxido de hidrogênio), foi realizado um estudo térmico simplificado utilizando um arranjo projetado no Laboratório de Física da UFPE CAA (Figuras 5 e 6). Neste experimento, amostras circulares de 25x25mm de comprimento foram submetidas a uma fonte de calor de 120°C proveniente de uma placa de cerâmica aquecida em contato com uma das faces do material, sendo o objetivo do aparato a medição da capacidade de transferir calor das amostras geopoliméricas porosas a partir da utilização de termopares.

Figura 5 - Aparelho para medição do Estudo térmico de geopolímeros



Fonte: A Autora (2021)

Figura 6 - Representação esquemática sobre o experimento de medição de transmissão de calor nas amostras geopoliméricas

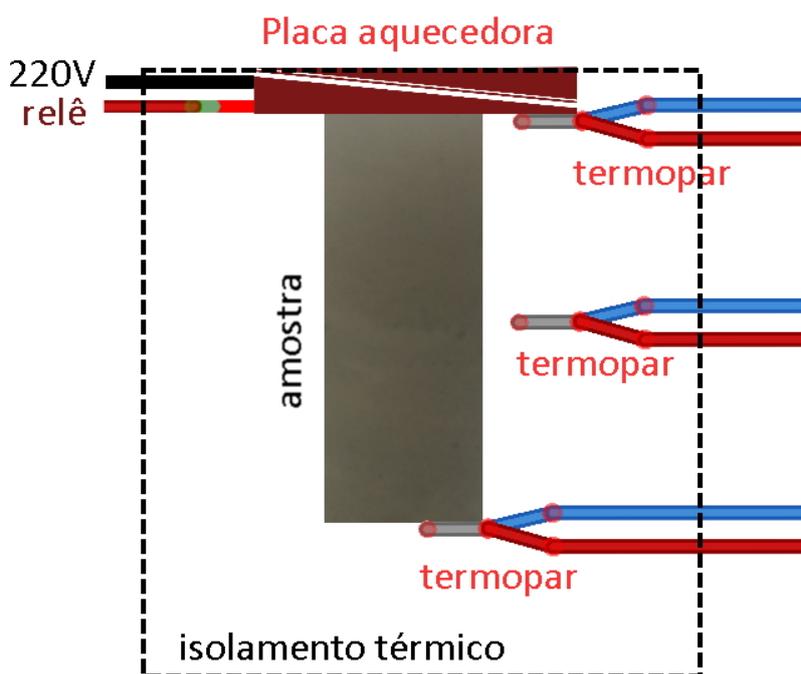


Fonte: Laboratório de Física, CAA (2021)

A temperatura da placa cerâmica foi quantificada através de um termopar fixado a ela durante todo o período de realização do ensaio, tornando-se constante ao atingir 120°C . Após a estabilidade da temperatura da placa, denominada fonte de calor, as amostras de geopolímeros porosos foram inseridas e ensaiadas uma a uma. Um suporte de madeira foi montado e utilizado para garantir a fixação da amostra durante todo o ensaio, assim como para garantir a perfeita adesão do

termopar na superfície oposta à aquecida, de forma que a temperatura da placa submetida à face em contato foi denominada Temperatura Inicial, e a temperatura da face oposta, a 25mm, denominada Temperatura final. A Figura 7 apresenta o esquema realizado para o isolamento durante a medida, afim de evitar as perdas de calor.

Figura 7 - Representação do contato da placa aquecedora com a amostra e isolamento durante a medida de transferência de calor.



Fonte: Laboratório de Física, CAA (2021)

O processo de medição durou cerca de 30 minutos para cada amostra e através dele foi possível analisar o comportamento do material e sua transferência de calor com o tempo, para cada relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e percentual de H_2O_2 . O mesmo ensaio foi realizado para três amostras ditas amostras de referência, compostas por poliestireno, pasta de cimento Portland e argila.

4.2.6 Avaliação da porosidade

Como métodos de avaliação da porosidade obtida em cada composição geopolimérica, foram realizados experimentos de densidade, absorção de água,

observações de variação dimensional, além da técnica computadorizada de Tomografia 3D.

4.2.6.1 Densidade

Para avaliação da densidade física aparente das amostras, as mesmas foram moldadas em cilindros de 10cm de altura e 4,3cm de raio. Após o período de sete dias de cura, foram analisadas as massas de todas as composições de amostras, e sua densidade determinada pela seguinte expressão:

$$D = \frac{m}{V} \text{ (Equação 7)}$$

Sendo, na expressão, o volume (V) determinado em m³ e a massa (m) em kg.

4.2.6.2 Absorção de água

O percentual de absorção de água das amostras foi determinado por processos de secagem e imersão. As amostras foram colocadas em estufa por um período de 72 horas à 105°C, para promover a desidratação das mesmas. Em seguida, as amostras secas foram pesadas em balança e logo após, foram submetidas à imersão em água destilada também por 72 horas. Após serem retiradas da imersão, as amostras tiveram sua superfície levemente secadas em papel toalha, de forma que não fosse encontrada água visível externamente. Em seguida, a massa úmida das amostras foi determinada. O valor correspondente à absorção de água, nesta metodologia, corresponde ao resultado da seguinte expressão:

$$AA (\%) = \frac{(Mu - Ms)}{Ms} \times 100 \text{ (Equação 8)}$$

Onde a massa úmida (Mu) e a massa seca (Ms) foram determinadas em gramas.

4.2.6.3 Variação dimensional

Foram observadas condições de variação dimensional para cada amostra após um período de 24 horas em estufa a 105°C. As variações foram registradas e analisadas. A variação dimensional foi obtida através da subtração entre dimensões iniciais e finais, conforme as Equações 11 e 12.

$$L = L_i - L_f \text{ (Equação 9)}$$

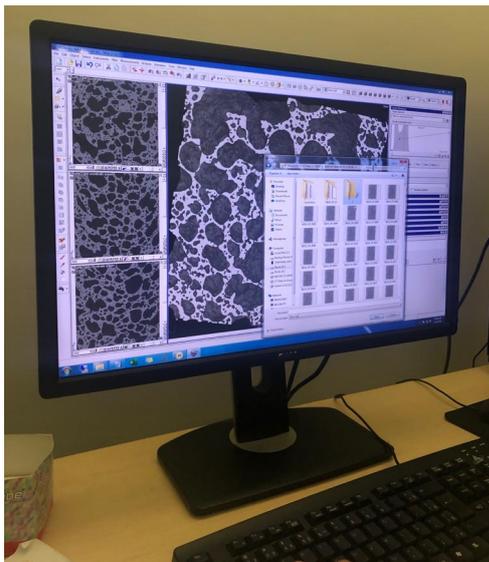
$$D = D_i - D_f \text{ (Equação 10)}$$

Onde o comprimento da amostra é representado por L, e seu diâmetro representado por D. Em ambas as equações, valores de L e D positivos representarão a ocorrência de contração das amostras. Valores negativos, por sua vez, representarão a ocorrência de expansão. O coeficiente volumétrico de expansão térmica α_v do material poderá ser determinado utilizando a Equação 9 descrita no referencial teórico desta pesquisa, fazendo uso dos dados de variação de temperatura e de volume.

4.2.6.4 Tomografia 3D

Os ensaios de Tomografia 3D foram realizados no Departamento de Energia Nuclear (DEN) localizado na Universidade de Pernambuco (UFPE) em Recife-PE. Para realização do ensaio, foram utilizados sistema de tomografia computadorizada XT H 225 ST da marca NIKON, que possui o alvo de reflexão de 225 kV, o alvo de transmissão de 180 kV e o alvo rotativo opcional de 225 kV, operado com o auxílio dos softwares CT Pro 3D para reconstrução da imagem, VG Studio Max 2.2 para criação de camadas e consequente visualização em 3D, conforme demonstrado na Figura 8.

Figura 8 - Softwares sendo utilizados na reconstrução da imagem e criação de camadas



Fonte: A Autora (2021)

Também foi utilizado o software o Image J para avaliação da porosidade do material analisado, dado pela Equação 11.

$$p (\%) = \frac{\text{vazios}}{(\text{vazios} + \text{matriz})} \times 100 \text{ (Equação 11)}$$

O volume de vazios e volume total (vazios + matriz) são determinados pelo próprio software a partir da visualização em 3D a partir da criação de camadas do material analisado.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

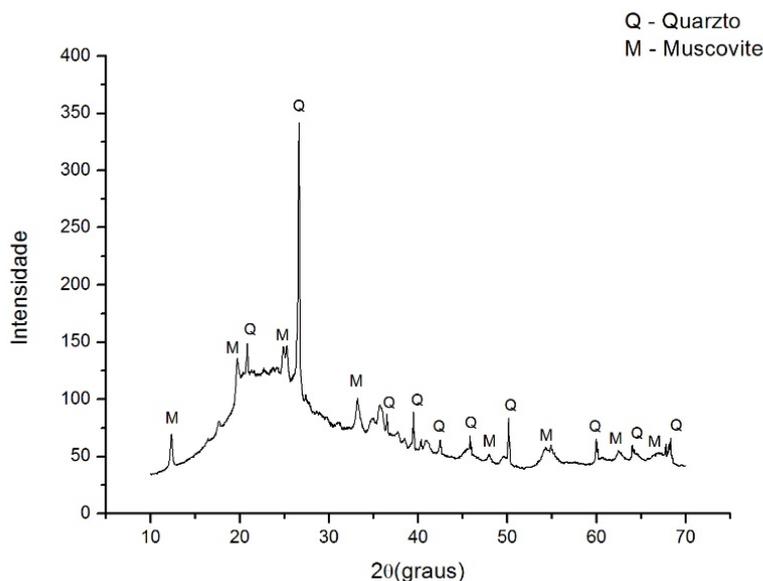
5.1 CARACTERIZAÇÃO DO PRECURSOR GEOPOLIMÉRICO

O precursor geopolímero utilizado, o Metacaulim comercial da empresa Metacaulim Brasil, foi caracterizado em laboratório através das técnicas de Difração de raios-x, Fluorescência de raios-x e Termogravimetria/Análise térmica diferencial (DTG/DTA), cujos resultados são apresentados e discutidos a seguir:

5.1.1 Difração de raios-x

O precursor geopolimérico foi submetido a uma caracterização de Difração de Raios-X, de forma a serem analisadas as fases cristalinas e material amorfo. Os resultados são apresentados no Gráfico 1.

Gráfico 1 - DRX do Metacaulim



Fonte: A Autora (2021)

De acordo com o difratograma, o metacaulim utilizado para produção das espumas geopoliméricas apresenta picos correspondentes ao Quartzo e a Muscovita semelhantes aos precursores utilizados na literatura (AUTEF, A. et. al, 2013; TCHAKOUTE, H. et. al, 2015; ARELLANO-AGUILAR et. al, 2014; OZER, I.; SOYER-UZUN, S., 2015; RIYAP, H. et. al, 2019), inclusive nas pesquisas

referentes ao comportamento térmico dos geopolímeros (PALMERO et. al, 2015; BAI et. al, 2018; LANDI et. al, 2013; ALGHAMDI et. al, 2018; MURRI et. al, 2017).

O quartzo, na síntese geopolimérica, atua como enchimento possibilitando um ganho de resistência mecânica para o material (YOUSEFI; MAJIDI, 2011). Diferentes composições de metacaulins podem resultar em diferentes propriedades, tais como, tempo de endurecimento e resistência à compressão, apesar disto, a presença de quartzo e muscovita não interfere no curso da geopolimerização, não afetando diretamente o ligante no processo de produção (TCHAKOUTE, H. et. al, 2015). Observa-se também que além das fases cristalinas – que são de baixa intensidade - há a presença de material amorfo predominante, correspondente à forma desidroxilada da caulinita, fração reativa para reação de geopolimerização.

5.1.2 Composição química do precursor geopolimérico

A Tabela 5 mostra a composição química do metacaulim utilizado, determinado através da técnica de fluorescência de raios-x.

Tabela 5 - Composição química dos materiais utilizados na síntese dos geopolímeros

Óxido	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Outros	PF	Umidade
Metacaulim (%)	44,70	44,26	1,02	0,76	0,24	4,79	1,63	2,42	1,18

Fonte: A Autora (2021)

Como fonte de sílica e alumina, o metacaulim utilizado apresentou um percentual de 44,70% de SiO₂ e 44,26% de Al₂O₃, representando 88,96% da massa total do material. A semelhança entre os teores de sílica e alumina requereram uma fonte complementar de sílica para que fosse possível a síntese geopolimérica nas proporções SiO₂/ Al₂O₃ necessárias para elaboração da pesquisa. A Tabela 6 apresenta a composição química do Metassilicato, fonte complementar de sílica neste estudo. Além do volume de aluminossilicatos, essenciais para que ocorresse a geopolimerização, o teor de ferro se mostrou bastante relevante, representando 4,79% da massa do metacaulim, suficiente para conferir ao material produzido a

cor avermelhada. Percentuais semelhantes de sílica e alumina também foram encontrados em outras pesquisas envolvendo o comportamento térmico de geopolímeros, apesar de conterem baixos teores de ferro (ROVIELLO et. al, 2017; ZHU et. al, 2018; ALGHAMDI et. al, 2018).

A Tabela 6 mostra a composição química do Metassilicato utilizado como fonte complementar de sílica para produção das amostras.

Tabela 6 - Composição química da fonte complementar de sílica

Óxido	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	CaO	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	Outros	PF	Umidade
Metassilicato (%)	34,31	0,19	0,21	0,05	27,05	0	1,09	18,39	18,69

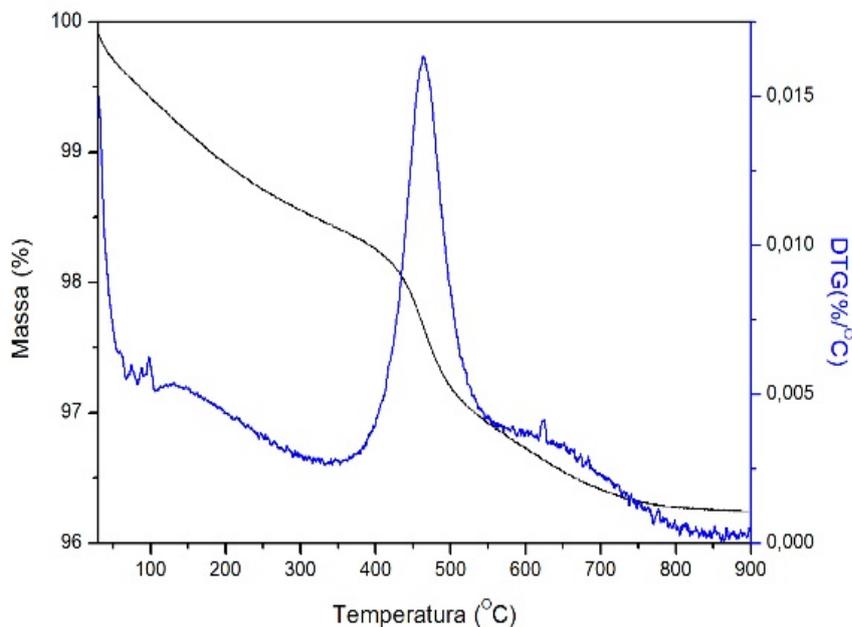
Fonte: A Autora (2021)

Constatou-se que o Metassilicato utilizado apresenta um percentual de 34,31% de sílica, e 0,19% de alumina. Contém uma quantidade significativa de Na₂O equivalente a 27,05%, representado na Tabela 6 na coluna referente a outros compostos. O material possui umidade e perda ao fogo significativos, totalizando 37,08% da massa da fonte complementar. O teor de Na₂O presente no Metassilicato, quando inserido na solução ativadora, combinado ao KOH, propicia um meio altamente alcalino na síntese geopolimérica, essencial para ativação da fração reativa, resultado na formação e endurecimento da matriz, uma vez que os dois ativadores apresentam comportamentos semelhantes durante as fases de dissolução e precipitação (BOCA SANTA, R.; SOARES, C.; RIELLA H, 2016; PANAGIOTOPOULOU, C.; KONTORI, E.; PERRAKI, T.; KAKALI G, 2007, LEE, W.; VAN DEVENTER, J, 2002).

5.1.3 Termogravimetria/Análise térmica diferencial (DTG/DTA)

A curva TG/DTA do precursor geopolimérico é apresentada no Gráfico 2, na qual podem ser observados: Perda de massa, associada a perda da água livre em sua composição, seguida de uma nova perda de massa, resultante da decomposição do material.

Gráfico 2 - DTG/DTA do metacaulim



Fonte: A Autora (2021)

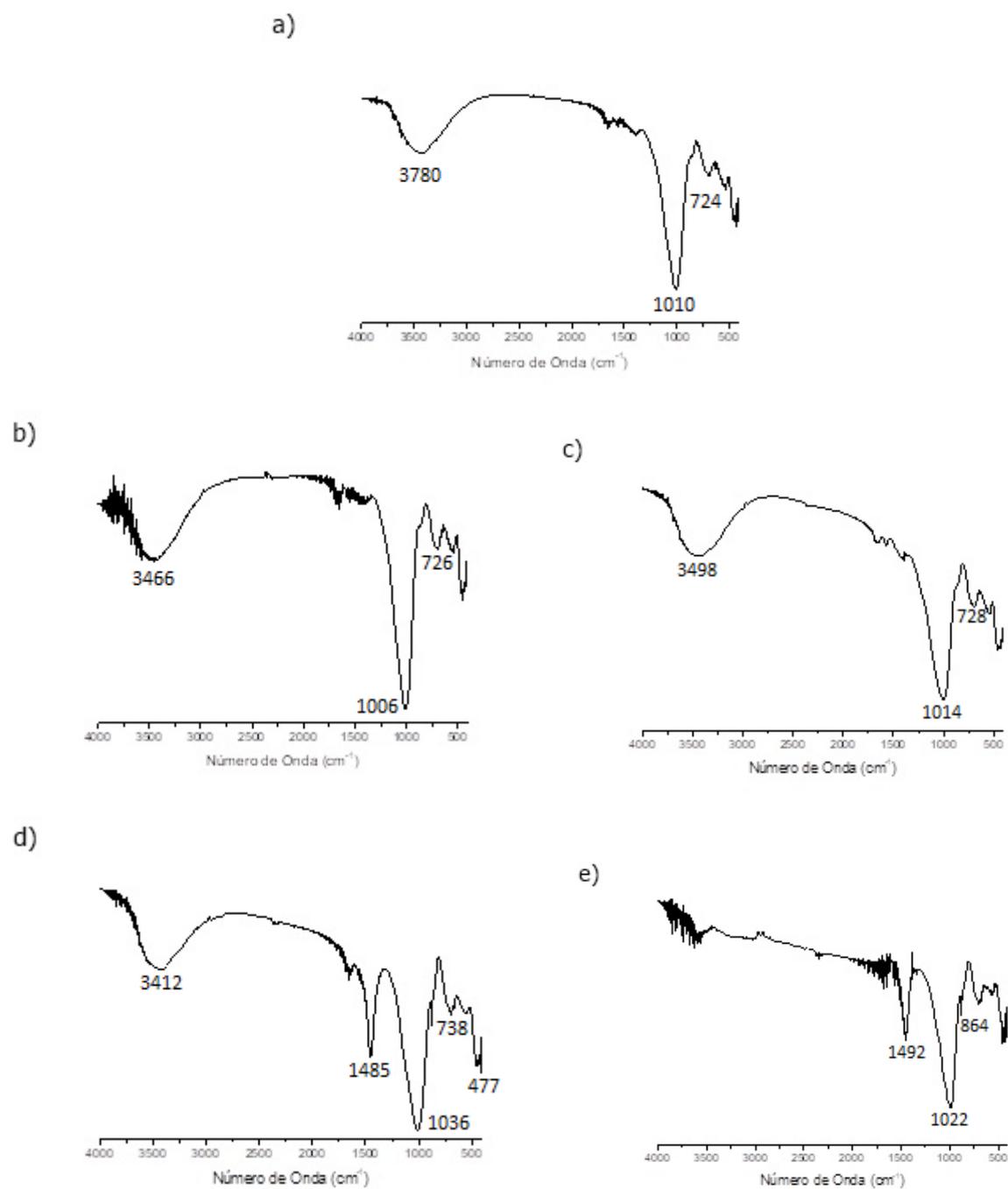
A primeira perda de massa, de 0,25%, ocorre até a temperatura de 100°C, provém da liberação da água, que continua a evaporar até 300°C. A partir de 400°C é possível observar a decomposição da matéria orgânica, de 1,4%, ou seja, fases com elevado teor de carbono, que costuma ocorrer entre 350°C e 800°C (LONGHI, 2015; MEDINA, 2011). A perda total de massa é inferior a 4%, indicando que o metacaulim utilizado é adequado para geopolimerização.

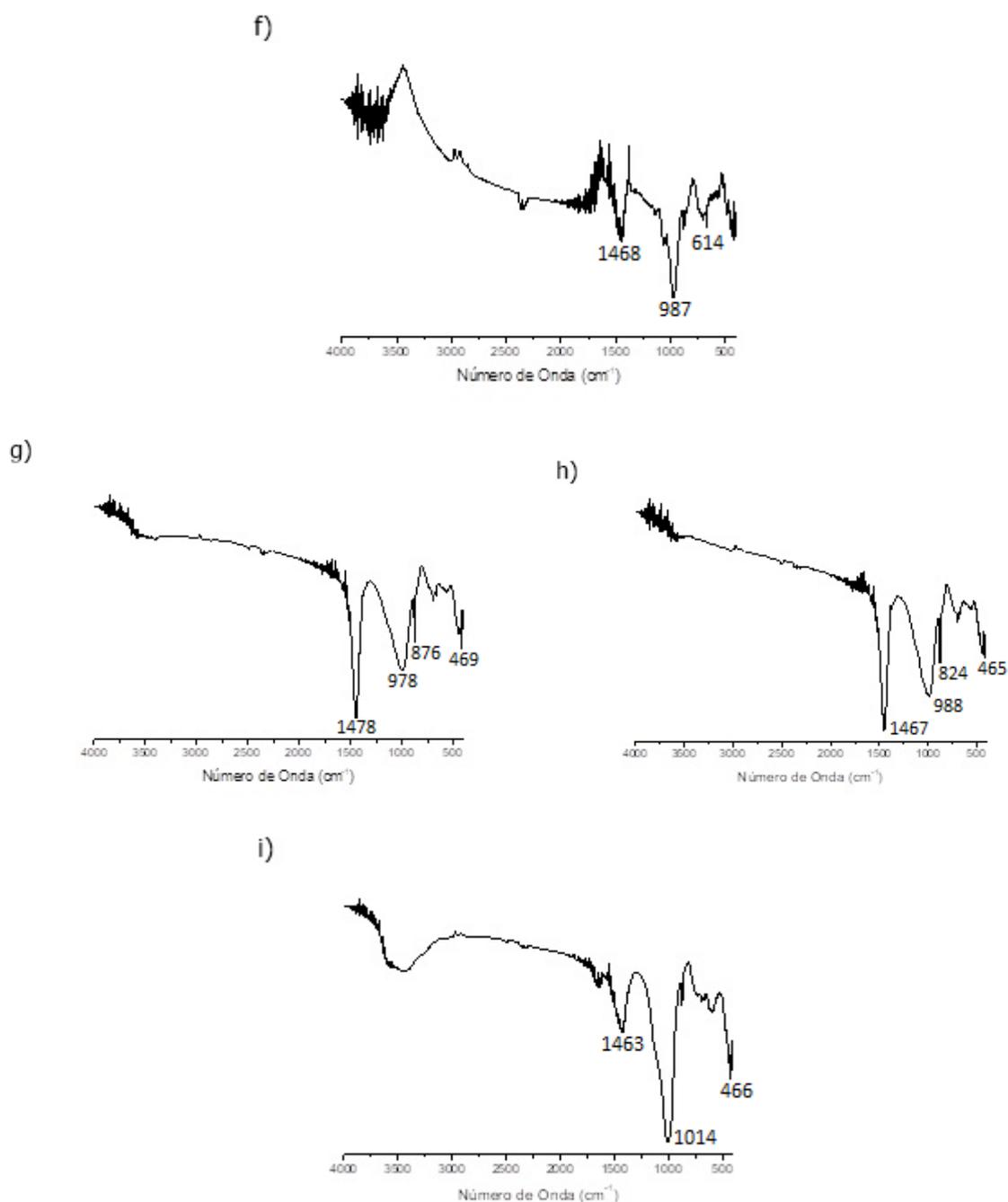
5.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO GEOPOLÍMERO

5.2.1 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os gráficos de análise da Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier dos geopolímeros obtidos podem ser observados na Figura 9. A adição de peróxido de hidrogênio não altera os espectros dos geopolímeros de referência, uma vez que desprende O₂ gerando água, tendo somente efeito nas propriedades de macroescala dos geopolímeros.

Figura 9 - Espectros de FTIR das diferentes amostras de geopolímeros





Fonte: A Autora (2021)

a) GP-2,0-1,5%, b) GP-2,0-3,0%, c) GP-2,0-6,0%, d) GP-2,5-1,5%, e) GP-2,5-3,0%, f) GP-2,5-6,0%, g) GP-3,0-1,5%, h) GP-3,0-3,0%, i) GP-3,0-6,0%.

Todas as amostras apresentaram os picos característicos do processo de formação da estrutura geopolimérica. As principais bandas dos geopolímeros, que confirmam a formação de estruturas geopoliméricas são mostradas no Quadro 6.

Quadro 6 - Principais bandas da formação das estruturas geopoliméricas.

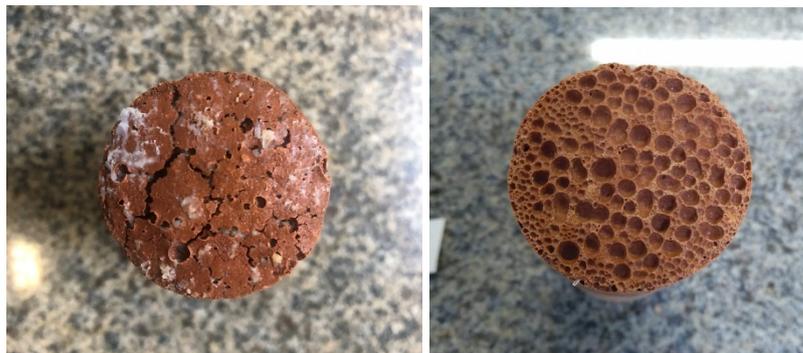
Banda (cm⁻¹)	Atribuição
988 cm ⁻¹	Vibração assimétrica da ligação Si-O-T (T=Si ou Al). Formação do gel aluminossilicato.
720 cm ⁻¹	Estiramento simétrico da vibração Si-O-T (T=Si ou Al).
580 cm ⁻¹	Estiramento simétrico de Al-O-Si.
460 cm ⁻¹	Vibração Si-O-Si.

Fonte: JI et. al, 2020.

As bandas entre 3800cm⁻¹ e 1650cm⁻¹ estão relacionadas as vibrações O-H e H-O-H respectivamente, indicando a presença de moléculas de água presas nas cavidades das estruturas (TCHAKOUTE, et. al, 2015; GARCÍA, 2013; VASSALO, 2013). Conforme o aumento da relação Si/Al, os picos localizados nestas regiões sofreram pequenas alterações, tendo picos mais acentuados nas amostras GP-2,0-1,5%, GP-2,0-3,0%, GP-2,0-6,0% e GP-2,5-1,5%, ao passo em que as amostras GP-2,5-3,0%, GP-3,0-1,5% e GP-3,0-3,0% mostraram pequenas alterações ao espectro, podendo estar relacionado a uma menor quantidade de moléculas de água que não foram absorvidas.

As amostras de relação Si/Al = 3 apresentaram o fenômeno da efluorescência, devido ao excesso de alcalinidade, fato que pode ser evidenciado pela presença de picos em torno de 1500cm⁻¹, uma vez que a banda que circunda 1460cm⁻¹ está relacionada a formação de Na₂CO₃ (GARCÍA, 2013; VASSALO, 2013). O fenômeno pode ser observado na Figura 10.

Figura 10 - GP-3,0-3,0% em comparação ao GP-2,0-3,0%



Fonte: A Autora (2021)

Na Figura 10 é possível fazer a comparação visual do aspecto físico do geopolímero com relação Si/Al=3 (na esquerda) ao geopolímero com relação Si/Al=2 (na direita), onde a primeira evidenciou o fenômeno da eflorescência e a segunda não.

A banda em torno de $1035-988\text{cm}^{-1}$ indica a formação do gel aluminossilicato e a formação de uma estrutura tridimensional de silício e alumínio, indicando o início da síntese, onde todas as amostras apresentaram picos significativos em torno desta banda (ALGHAMDI et. al, 2018).

Todas as amostras também apresentaram picos na banda em torno de $860-870\text{cm}^{-1}$, assim como 720cm^{-1} , indicando a tensão assimétrica das moléculas de Al-O, dissolução do gel e estiramento simétrico da vibração das ligações entre silício, oxigênio e silício ou alumínio (Si-O-T, sendo T=Si ou Al) (ALGHAMDI et. al, 2018; KAMSEU et. al, 2015; ZHANG et. al, 2016).

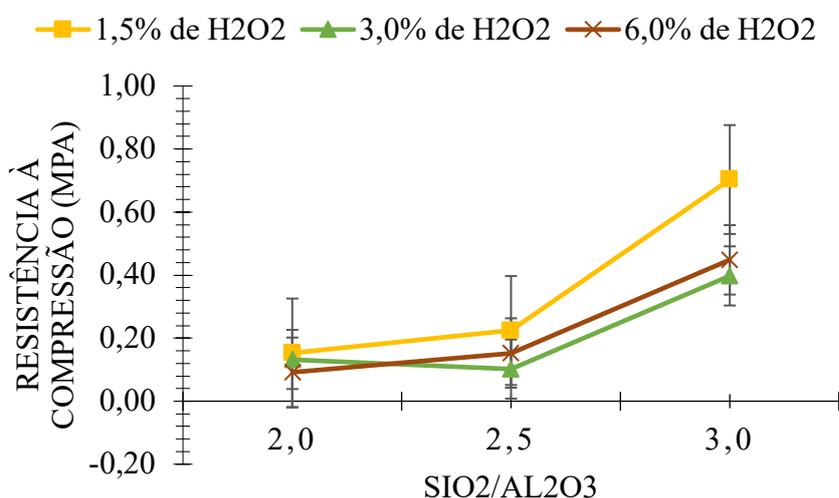
As bandas em torno de $460-470\text{cm}^{-1}$, onde são observados picos em todas as amostras, estão relacionados a formação da estrutura do geopolímero, a reorganização da estrutura, a partir da vibração Si-O-Si, dissolução das espécies Si-O-Si e O-Si-O (NAZARI; SANJAYAN, 2015).

5.3 RESISTÊNCIA MECÂNICA

Para melhor compreensão dos valores de resistência à compressão, as amostras foram analisadas separadamente, de acordo com a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e posteriormente de acordo com o percentual de H_2O_2 .

O Gráfico 3 mostra a resistência mecânica das amostras de espuma geopolimérica de acordo com a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. O Gráfico 3 mostra um aumento da resistência à compressão proporcional à relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, uma vez que as amostras de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2$ possuem resistência inferior as de relação igual a 2,5, mais uma vez inferior as de relação igual a 3. A regra não se aplica para a amostra contendo 3% de H_2O_2 , uma vez que possui seu desempenho mais baixo na relação 2,5, sendo de 0,10 MPa para a amostra GP-2,5-3% e de 0,13 MPa para a amostra de GP-2,0-3%.

Gráfico 3 - Resistência mecânica das espumas geopoliméricas de acordo com a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$



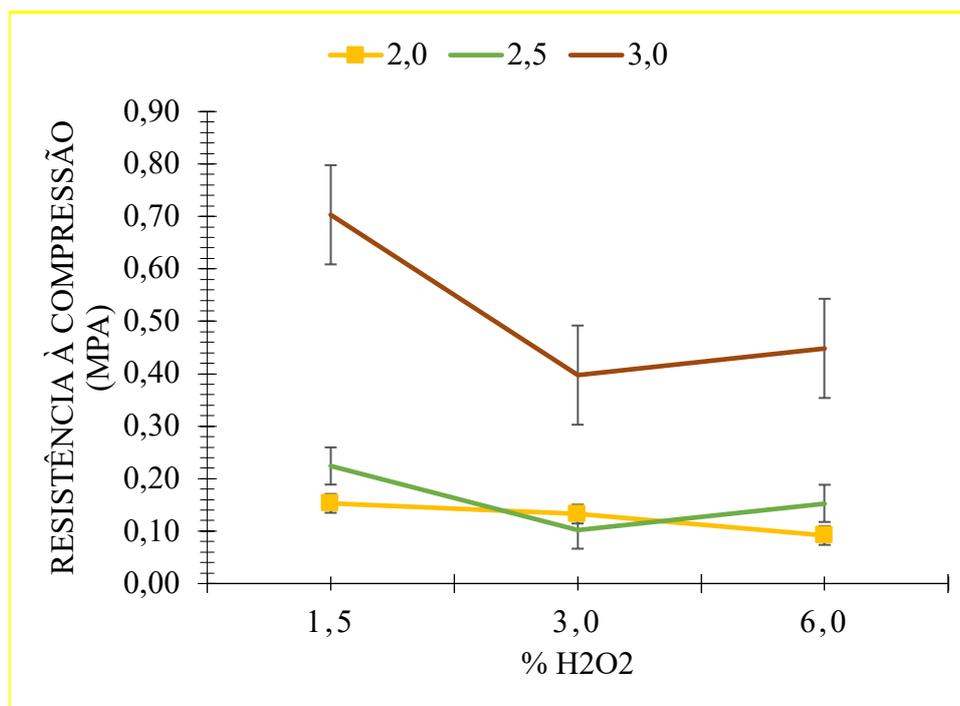
Fonte: A Autora (2021)

A amostra de melhor desempenho quanto à resistência à compressão foi a amostra GP-3,0-1,5%, DE 0,70MPa, uma vez que possui a mais alta relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, seguido do menor percentual de H_2O_2 , resultando em uma matriz mais densa. Resultado proporcional à amostra de pior desempenho, GP-2,0-6%, de 0,09 MPa, que possui a mais baixa relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, seguido do mais alto percentual de H_2O_2 .

O Gráfico 4 permite analisar os resultados de resistência à compressão de acordo com o percentual de H_2O_2 , cujos desempenhos caem conforme é aumentado o teor de peróxido de hidrogênio, com exceção da amostra GP-2,5-3%,

cujo arranjo obteve melhor resultado com 6% de H_2O_2 , quando comparado ao teor de 3%.

Gráfico 4 - Resistência mecânica das espumas geopoliméricas de acordo com o percentual de H_2O_2



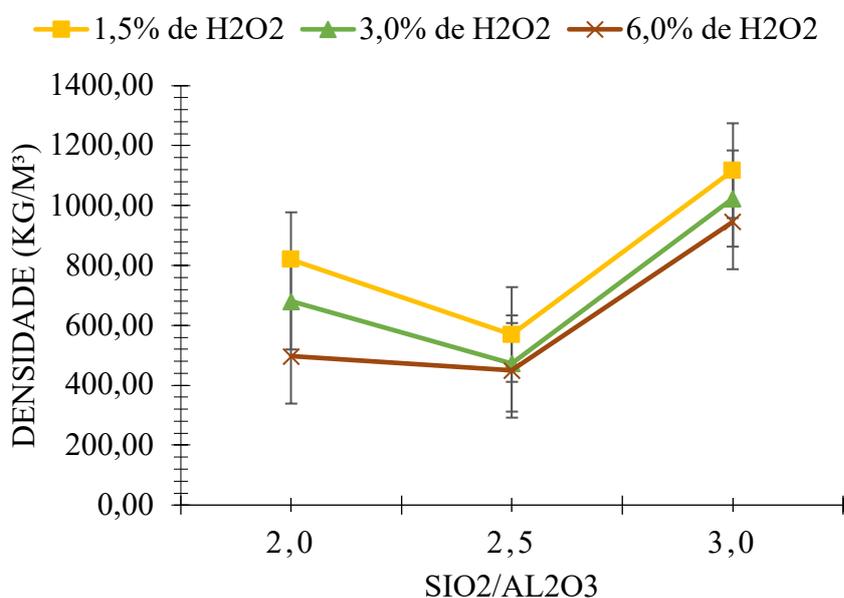
Fonte: A Autora (2021)

A baixa resistência à compressão é esperada devido à presença de grande quantidade de poros na estrutura do material. Valores de resistência à compressão semelhantes em espumas geopoliméricas cujas propriedades térmicas são as principais propriedades avaliadas foram obtidos por Hajimohammadi et al (2017), Bai et al (2018), Roviello et. al (2017), Verdolotti et al (2015) e Murri et. al (2017). A resistência à compressão pode ser considerada uma propriedade secundária para geopolímeros de característica leve, uma vez que, mesmo consideradas baixas, são aceitáveis para garantir um material autoportante e de fácil manuseio, permitindo acoplamentos e reforços, formando painéis de isolamento de característica “sanduíche” (MURRI, et. al, 2017; MINGAZZINI, C. et. al, 2017).

5.3.1 Densidade

Os valores de densidade podem ser melhor explanados quando avaliados em relação a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e posteriormente de acordo com o percentual de H_2O_2 . Os resultados de densidade das amostras produzidas em relação a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ são mostrados no Gráfico 5.

Gráfico 5 - Densidade das espumas geopoliméricas de acordo com a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

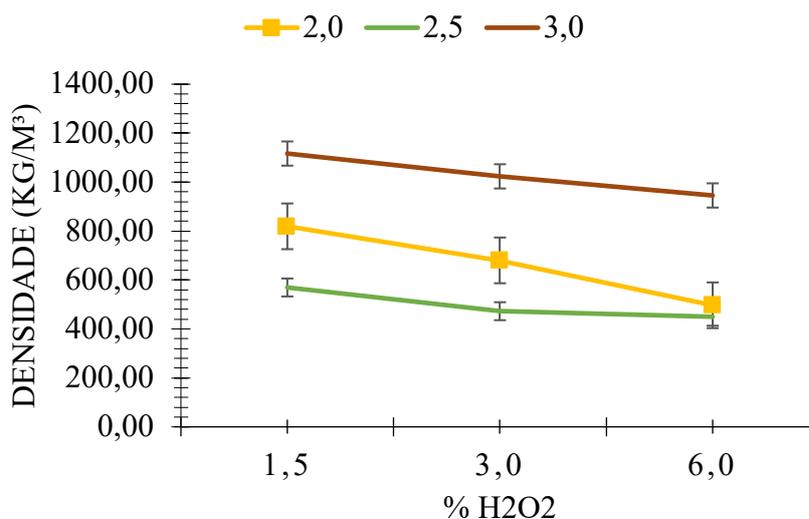


Fonte: A Autora (2021)

O melhor resultado foi obtido pela amostra GP-2,5-6%, com 449,83 kg/m³, seguido das amostras GP-2,5-3%, com 472,61 kg/m³ e GP-2,0-6%, com 496,76 kg/m³. Bons resultados também foram obtidos pelas amostras GP-2,5-1,5%, com 569,58 kg/m³ e GP-2,0-3%. Os piores resultados em relação às demais amostras, foram obtidos pelas amostras GP-3,0 em todos os percentuais de H_2O_2 .

O Gráfico 6 apresenta a densidade das amostras em relação ao percentual de peróxido de hidrogênio.

Gráfico 6 - Densidade das espumas geopoliméricas de acordo com o percentual de H_2O_2



Fonte: A Autora (2021)

Em relação ao percentual de H_2O_2 , pode-se chegar à conclusão de que, para todas as relações SiO_2/Al_2O_3 , há uma tendência de redução da densidade com o aumento do teor de peróxido de hidrogênio na mistura.

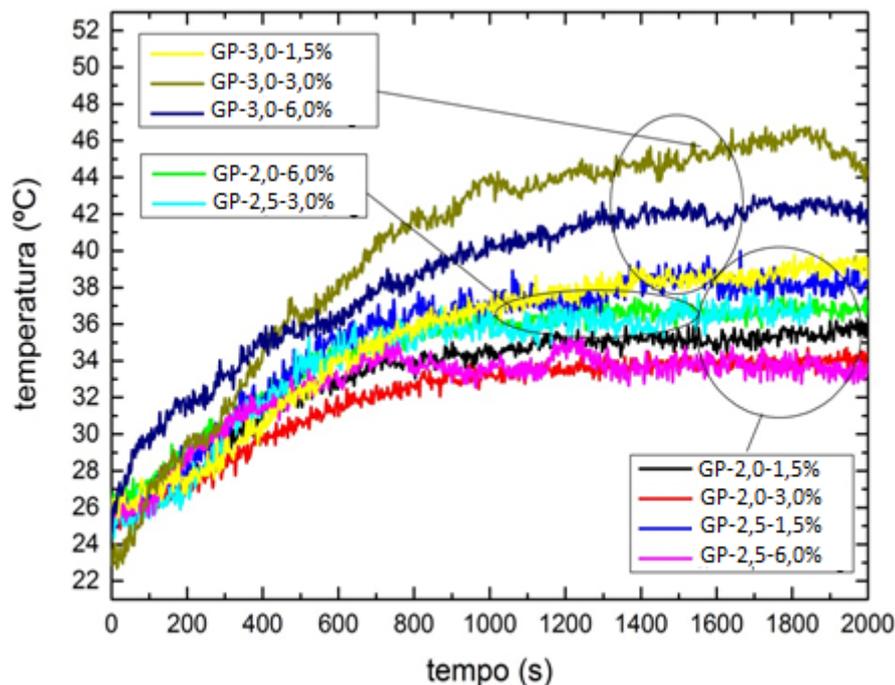
As amostras consideradas mais leves foram as amostras produzidas com relação SiO_2/Al_2O_3 igual a 2,0, ao passo em que as amostras mais densas foram as produzidas com relação igual a 3,0, independentemente do teor de H_2O_2 .

Valores de densidade semelhantes foram encontrados por Papa et. al (2016), Bai et. al (2017), Murri et. al (2017) e Novais et. al (2016), classificando os resultados obtidos nesta pesquisa para as amostras GP-2,5-6%, GP-2,5-3% e GP-2,0-6%, como espumas geopoliméricas de baixa densidade.

5.4 ESTUDO TÉRMICO

O Gráfico 7 possibilita a análise do Estudo térmico das amostras submetidas ao teste. As amostras de melhor desempenho foram as amostras GP-2,0-1,5%, GP-2,0-3%, GP 2,5-1,5% e GP-2,5-6%, onde o melhor resultado foi obtido para a amostra GP-2,5-6%, alcançando apenas 33°C em uma de suas extremidades quando submetido a uma temperatura de 120°C na outra extremidade, após 27 minutos de teste, onde o resultado se manteve constante, representando uma característica do experimento.

Gráfico 7 - Estudo térmico das espumas geopoliméricas



Fonte: A Autora (2021)

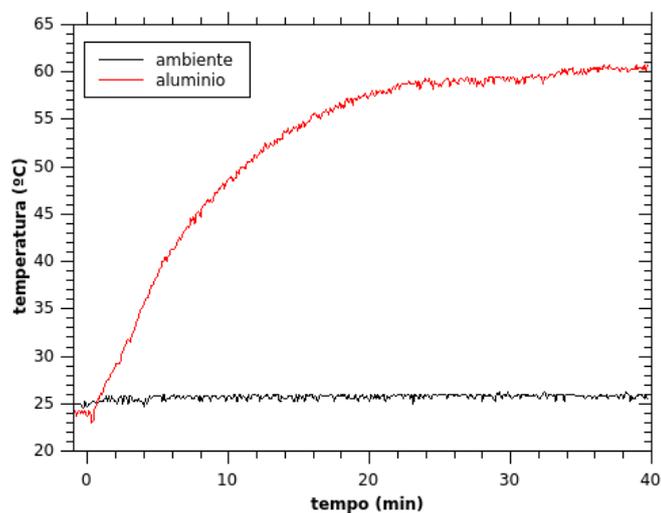
As amostras que obtiveram os piores desempenhos, apesar de ainda adequados para isolamento térmico, foram GP-3,0-1,5%, GP-3,0-3,0% e GP-3,0-6,0%, ambas de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3, alcançando entre 38 e 44°C em uma de suas extremidades quando submetidos a 200°C em outra extremidade. As amostras GP-2,0-6% e GP-2,5-3% alcançaram desempenho intermediário.

As diferenças entre os melhores e piores resultados obtidos podem ser explicados pela densificação das matrizes e a interconexão entre os poros das amostras. A porosidade, o tamanho e a distribuição dos poros são parâmetros importantes a serem considerados no Estudo térmico de espumas geopoliméricas, uma vez que a otimização da microestrutura, isto é, poros redondos e homoganeamente distribuídos, reduz a transferência de calor por condução, componente do fluxo térmico em materiais isolantes, através da redução dos interporos (PAPA et. al, 2016; GOULOURE, Z. et. al, 2015; FENG, J. et. al, 2015).

Quatro amostras de outros materiais foram preparadas e submetidas à mesma leitura com a finalidade de comparação e referência de Estudo térmico. Para fins de referência foram escolhidos o alumínio (amostra com 5cm de comprimento), a pasta de cimento Portland (amostra com 5cm de comprimento), a

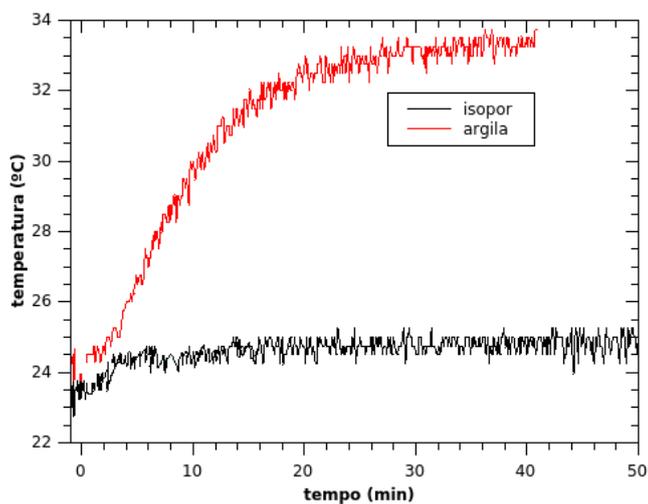
argila (amostra com 2,5cm de comprimento) e o isopor (amostra com 2,5cm de comprimento). Os resultados obtidos são mostrados nos gráficos 8, 9 e 10.

Gráfico 8 - Estudo térmico de uma amostra de alumínio



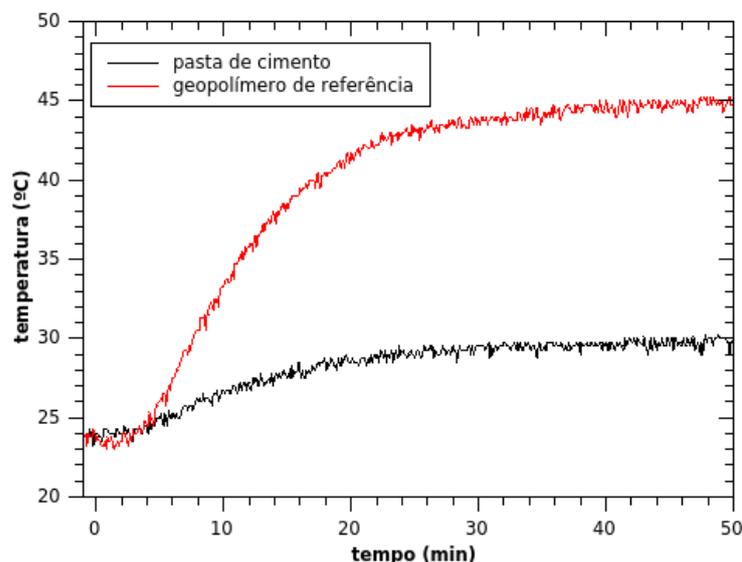
Fonte: A Autora (2021)

Gráfico 9 - Estudo térmico das amostras de isopor e argila



Fonte: A Autora (2021)

Gráfico 10 - Estudo térmico das amostras de pasta de cimento e geopolímero de referência



Fonte: A Autora (2021)

Conforme o esperado, a amostra de alumínio obteve o pior desempenho ao passo em que a amostra de isopor apresentou o melhor desempenho entre as amostras de referência, mantendo sua superfície de medição semelhante à temperatura ambiente de laboratório, podendo-se ter como referência o alumínio como um mau isolante e o isopor como um bom isolante.

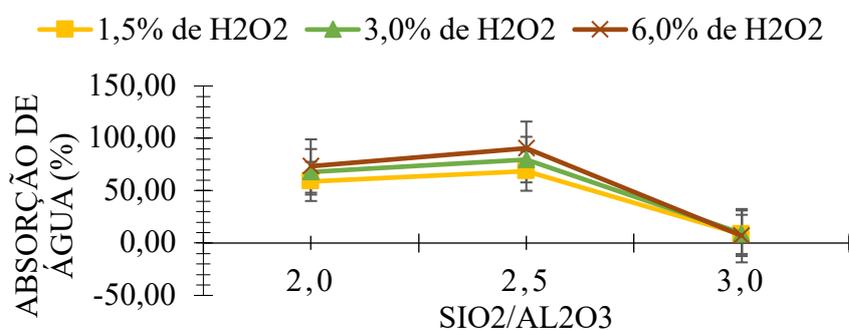
A amostra geopolimérica de referência, sem poros, atingiu 45°C, assemelhando-se às amostras porosas de maior densidade, ou seja, de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,0$ onde a distribuição de poros se deu de forma irregular na matriz, fato evidenciado em todos os ensaios laboratoriais de caracterização. Os resultados de Estudo térmico das amostras geopoliméricas estão de acordo com os resultados de resistência à compressão e densidade. Sendo o melhor resultado para a amostra GP-2,5-6,0%, atingindo o valor de 33°C em sua superfície de medição, quando comparado ao resultado da amostra de argila, onde ambas as amostras medidas possuíam o mesmo comprimento (2,5cm), e que teve seu resultado entre 33 e 34°C, pode-se concluir que o estudo térmico da amostra porosa de geopolímero é equivalente ao estudo térmico da argila.

5.5 AVALIAÇÃO DA POROSIDADE

5.5.1 Absorção de água

Para melhor compreensão dos dados de absorção de água (AA%), dois gráficos foram elaborados com os valores obtidos. O Gráfico 11 apresenta os resultados de AA% em relação à razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, e o Gráfico 11 apresenta os resultados de AA% em relação ao percentual de H_2O_2 .

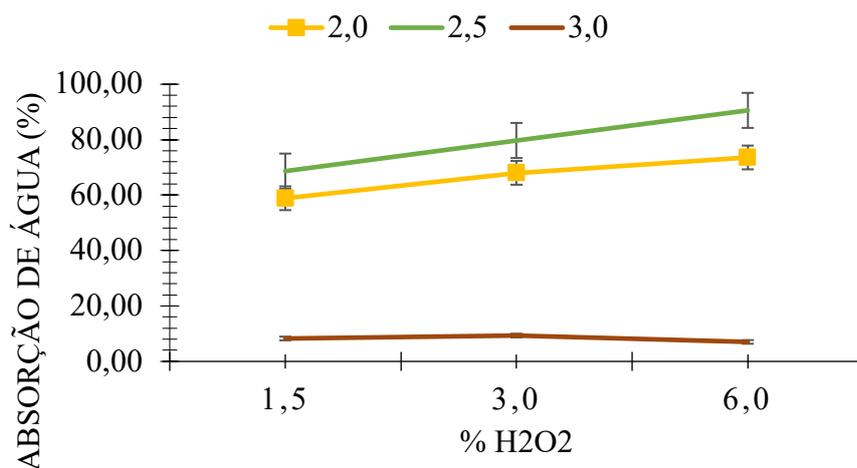
Gráfico 11 - Absorção de água das espumas geopoliméricas de acordo com a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$



Fonte: A Autora (2021)

As amostras que apresentaram menos susceptibilidade à absorção de água foram as amostras de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,0, independentemente do teor de peróxido de hidrogênio, ao passo em que as amostras mais susceptíveis foram as amostras GP-2,5-6%, com AA(%) igual a 90,55%, seguida pela amostra GP-2,5-3% e GP-2,0-6%, que possuem 79,70% e 73,57%, respectivamente.

Gráfico 12 - Absorção de água das espumas geopoliméricas de acordo com o percentual de H_2O_2



Fonte: A Autora (2021)

No Gráfico 12, é possível visualizar o aumento da propriedade de acordo com o aumento do percentual de peróxido de hidrogênio, ou seja, da inserção de poros na amostra. As amostras de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,0 obtiveram resultados semelhantes independentemente do percentual de H_2O_2 inserido.

Para as amostras de maior teor de AA%, resultados semelhantes foram obtidos por Nazari et. al, 2012. A absorção de água é uma propriedade dependente das características microestruturais, tais como, quantidade, tamanho e forma dos poros, uma vez que, quanto maiores são os poros, maiores são as taxas de AA(%), valor diretamente proporcional à saída de água (MEDRI, V.; LANDI, E., 2014, OKADA K. et. al, 2009).

Para as amostras de razão molar igual a 2,0 e 2,5, a capacidade de absorção de água é proporcional ao aumento da concentração de peróxido de hidrogênio nas amostras. Este resultado também foi observado por Ji et. al (2020) ao estudar geopolímeros sintetizados com resíduos sólidos, que concluiu que esse aumento na capacidade da propriedade está relacionado com as mudanças nas estruturas porosas, onde o aumento da porosidade contribui para a absorção de água.

5.5.2 Variação dimensional

A Tabela 7 apresenta os valores de altura, raio e volume para as amostras pré e pós cura térmica a 50°C em Estufa, após a síntese geopolimérica. As

diferenças entre os percentuais de peróxido de hidrogênio não foram significantes, quanto à variação dimensional dentro de uma mesma relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, obtendo os mesmos comportamentos. Ao passo em que, as diferenças entre o comportamento das amostras entre as relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ foram extremamente relevantes quanto à caracterização final dos materiais produzidos.

Tabela 7 - Dados de variação dimensional das amostras geopoliméricas

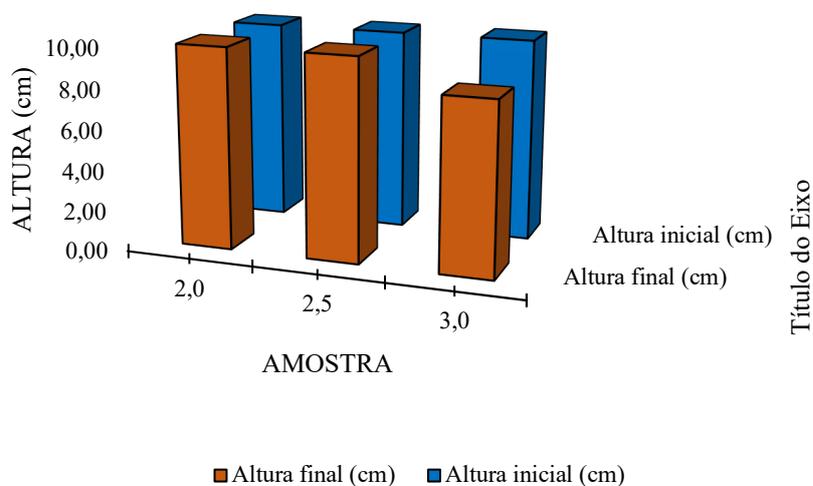
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Altura		Raio		Volume inicial (cm^3)	Volume final (cm^3)
	inicial (cm)	Altura final (cm)	inicial (cm)	Raio final (cm)		
2,0	10,00	10,00	4,30	4,25	580,59	567,16
2,5	10,00	10,00	4,30	4,15	580,59	540,79
3,0	10,00	8,50	4,30	3,70	580,59	365,39

Fonte: A Autora (2021)

De acordo com a Tabela 7, as amostras tiveram redução de suas alturas, raios e volumes de forma proporcional, conforme o aumento do teor de sílica das mesmas. As maiores características de retração foram observadas nas amostras de relação 3,0. O percentual da perda do valor de raio das amostras é significativo para M3 que perdeu o equivalente a 13,95% do valor de seu raio inicial.

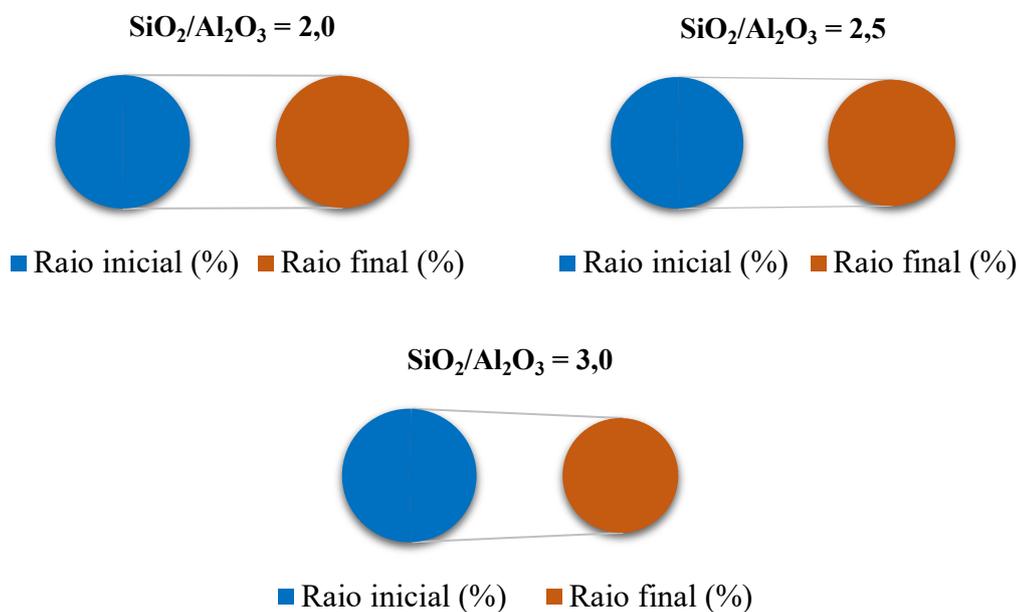
O Gráfico 13 e a Figura 11 mostram, respectivamente, a significância em aspectos visuais, da redução da altura e do raio das amostras de razão molar igual a 3,0 no seu processo de produção.

Gráfico 13 - Variação dimensional linear das amostras geopoliméricas



Fonte: A Autora (2021)

Figura 11 - Representação esquemática da variação de dimensão do raio das amostras geopoliméricas

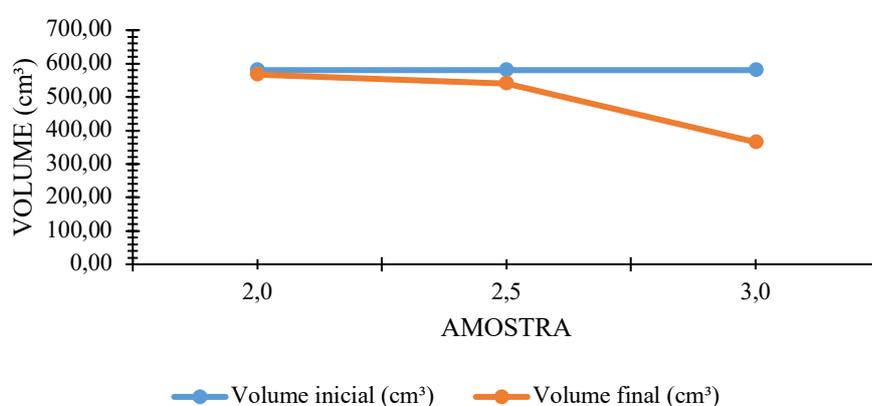


Fonte: A Autora (2021)

De acordo com o Gráfico 13, que apresenta a variação volumétrica das amostras em seu processo de produção, é possível observar que a maior discrepância é observada em nas amostras de razão molar igual a 3,0, ao passo em que as amostras com relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 2,0, apresentam uma melhor

estabilidade dimensional. Estes resultados sugerem que na razão molar 3,0, após a saída do O_2 , a massa geopolimérica tende a reaproximar suas partículas, evitando a permanência de poros na microestrutura, o que está de acordo com os maiores valores de resistência mecânica, densidade e menor capacidade de absorção de água. De acordo com os dados obtidos aqui, as razões molares 2,0 e 2,5 são mais adequadas para manter a estrutura de poros geradas pelo uso de peróxido de hidrogênio, na temperatura de cura adotada neste trabalho.

Gráfico 14 - Variação dimensional volumétrica das amostras geopoliméricas



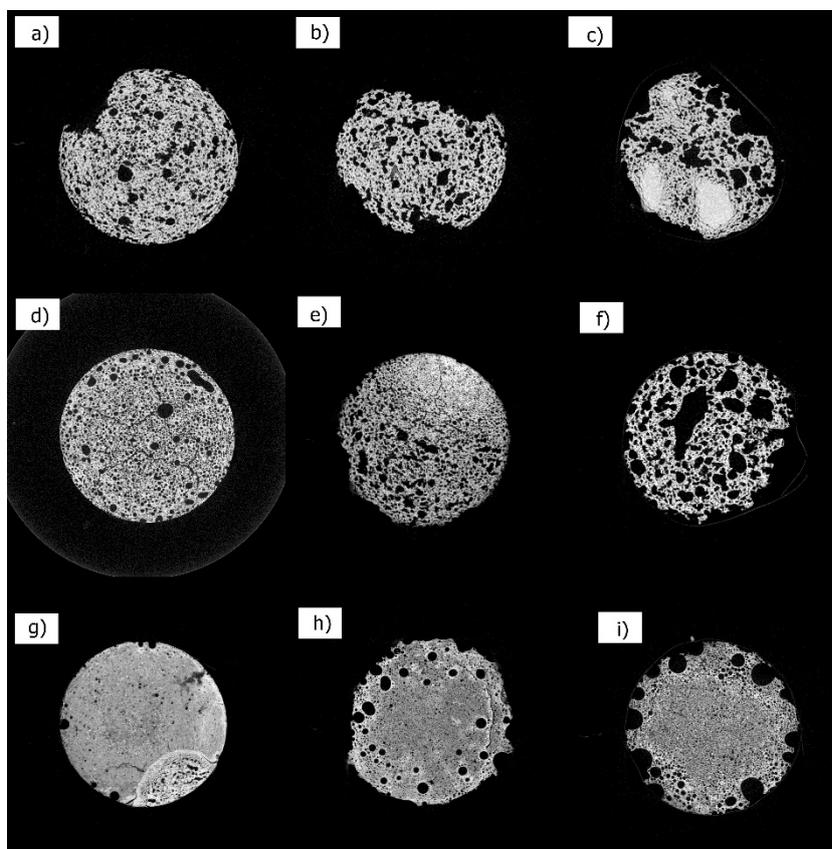
Fonte: A Autora (2021)

Eventos de retração significativa foram observados por Cheng et. al (2015). Retração e microfissuras em geopolímeros ativados por álcali, podem estar associadas à cura térmica. Partículas brancas também podem aparecer decorrentes de cura prolongada na forma de NaOH que não reagiu e precipitou após a evaporação da água ou microcristais Na_2CO_3 (VARGAS et. al, 2011; HE et. al, 2012).

5.5.3 Tomografia 3D

As imagens morfológicas da secção transversal das diferentes amostras são apresentadas nas Figuras 12 e 13, vistas de forma horizontal e vertical, respectivamente. Através delas é possível visualizar as diferenças no tamanho e distribuição dos poros para cada configuração.

Figura 12 - Tomografia 3D de camada central das diferentes amostras sob ótica horizontal

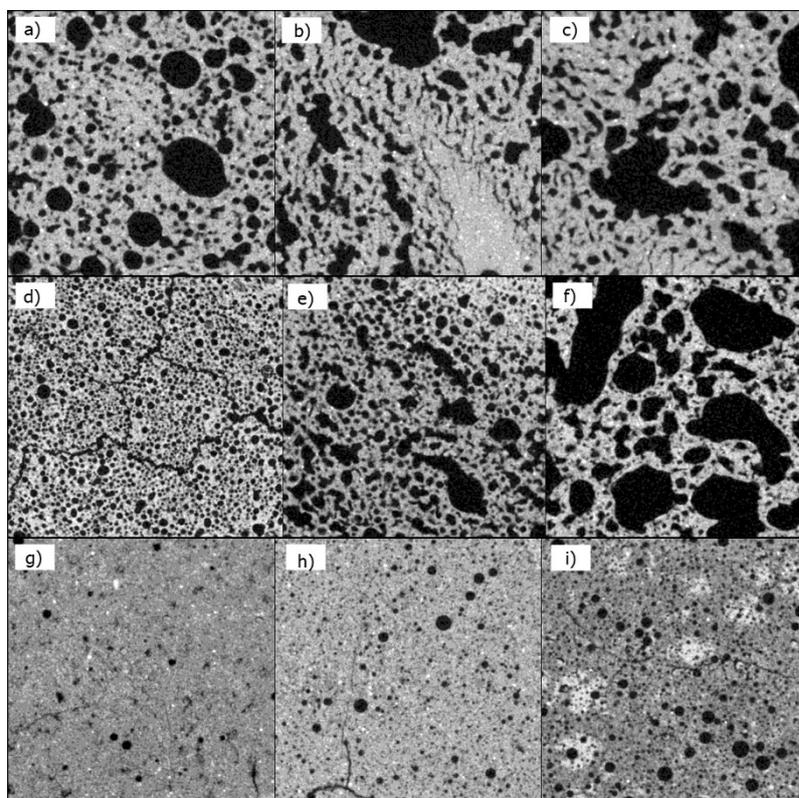


Fonte: A Autora (2021)

a) GP-2,0-1,5%, b) GP-2,0-3,0%, c) GP-2,0-6,0%, d) GP-2,5-1,5%, e) GP-2,5-3,0%, f) GP-2,5-6,0%, g) GP-3,0-1,5%, h) GP-3,0-3,0%, i) GP-3,0-6,0%.

Visualmente, as amostras GP-2,5-1,5% e GP-2,5-3,0% demonstram maior homogeneidade, inclusive na distribuição de poros, ao passo em que as amostras de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,0$ exibem uma maior densificação da matriz, apresentando heterogeneidade na distribuição e tamanho dos poros. As amostras de relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,0$ apresentaram falhas na sua integridade física que se tornaram mais evidentes conforme foi aumentado o percentual de H_2O_2 . A amostra GP-2,5-6,0% apresentou poros maiores parcialmente distribuídos em comparação às demais amostras, evidenciando o resultado de sua densidade, uma vez que foi a amostra mais leve produzida.

Figura 13 - Tomografia 3D de camada central das diferentes amostras sob ótica vertical



Fonte: A Autora (2021)

a) GP-2,0-1,5%, b) GP-2,0-3,0%, c) GP-2,0-6,0%, d) GP-2,5-1,5%, e) GP-2,5-3,0%, f) GP-2,5-6,0%, g) GP-3,0-1,5%, b) GP-3,0-3,0%, c) GP-3,0-6,0%.

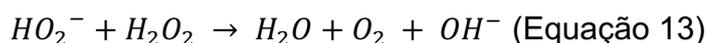
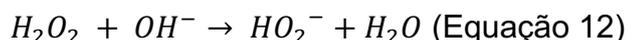
As vistas verticais da camada central de cada amostra presentes na Figura 12 evidenciam os aspectos visuais diagnosticados nas vistas horizontais apresentadas na Figura 13. Na Figura 12 é possível observar com mais clareza o quão desregular se encontram os poros da amostra GP-2,5-6,0%, ao passo em que a densificação da matriz e redução da quantidade de poros é possível ser visualizada nas amostras GP-3,0-1,5% e GP-3,0-3,0%.

A distribuição e tamanhos dos poros são determinados a partir do caminho da síntese geopolimérica com a reação proveniente da decomposição do peróxido de hidrogênio e seus efeitos podem ser positivos ou negativos a depender da aplicação. Quanto a melhoria das propriedades isolantes, uma distribuição de

tamanhos de poros mais homogênea torna-se mais adequada (FENG et. al, 2015; PAPA et. al, 2016; HAJIMOHAMMADI et. al, 2017).

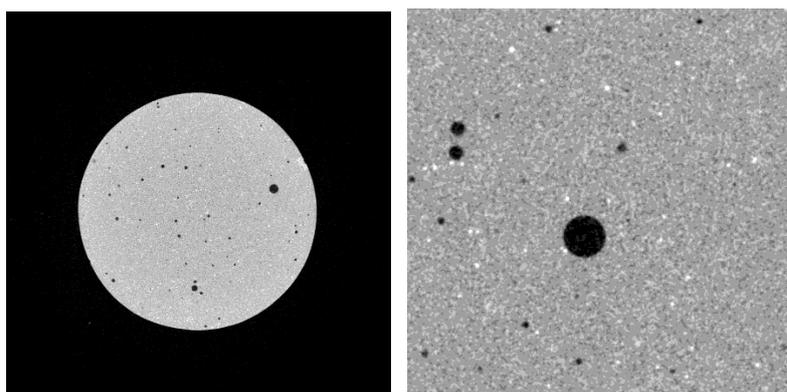
A alta temperatura da reação aliada ao pH básico da solução alcalina atuam como catalisador da decomposição do H_2O_2 , onde o silicato de sódio presente auxilia na estabilização da reação de decomposição, uma vez que inativa as partículas coloidais de hidróxidos metálicos e óxidos hidratados dispersos que atuam como catalisadores. A estabilização dos vazios também podem ser produto da pega rápida associada ao endurecimento da matriz geopolimérica que, viscosa, prende as bolhas e impede que as mesmas se conectem umas às outras (LEE et. al, 2000; ; HAJIMOHAMMADI et. al, 2017).

As reações de decomposição do peróxido de hidrogênio frente ao O_2 presente na solução alcalina são dadas nas Equações 12 e 13.



Uma amostra de geopolímero sem adição do peróxido de hidrogênio foi desenvolvida para fins de comparação, conforme mostrado na Figura 14.

Figura 14 - Tomografia 3D da camada central de amostra geopolimérica de referência



Fonte: A Autora (2021)

É possível observar, através da Figura 14, a influência da adição de H_2O_2 na morfologia do material estudado. Ao passo em que o material geopolimérico por si só apresentada homogeneidade e densificação da matriz, ambos os aspectos

extremamente consideráveis. A adição de H_2O_2 aumenta de forma considerável a quantidade de macroporos na mistura, através da geração de gás no processo de produção resultando em estruturas de células abertas (JI et. al, 2020).

5.5.4 Medição da porosidade através do VGStudio

Para medição da porosidade, foram selecionadas as amostras de menor densidade, denominadas amostras leves, com relação Si/Al = 2,0 e Si/Al = 2,5. Para fins de comparação, foi medida a amostra GP-3-1,5%, assim como uma amostra de geopolímero padrão, sem adição de H_2O_2 . Os dados de volume de poros, em percentual, estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 - Percentual de volume de poros das amostras de geopolímeros porosos

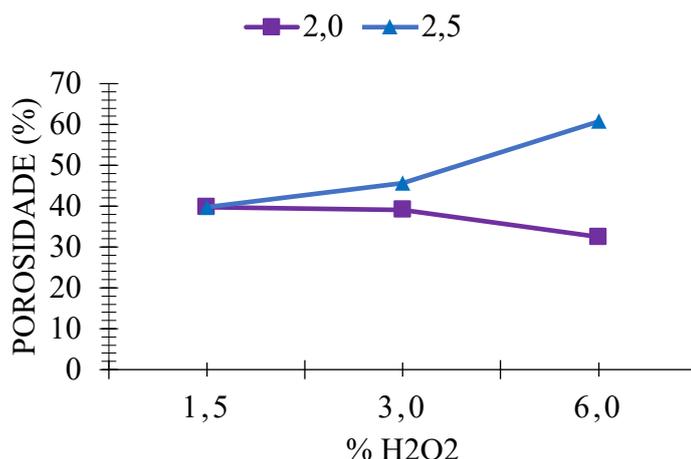
Porosidade	
Amostra	(%)
GP-2,5-6,0%	60,74
GP-2,5-3,0%	45,70
GP-2,5-1,5%	39,77
GP-2,0-1,5%	39,75
GP-2,0-3,0%	39,15
GP-2,0-6,0%	32,48
GP-3,0-1,5%	12,54
GP Padrão	1,58

Fonte: A Autora (2021)

A amostra que obteve o maior volume de poros foi a GP-2,5-6,0%, apresentando significativa distância do percentual de volume de poros da amostra de geopolímero padrão. Em contrapartida, a amostra GP-2,0-6,0%, apesar de conter o mesmo percentual de adição de peróxido de hidrogênio, apresentou um comportamento distinto, acentuando a importância da estrutura da matriz geopolimérica a partir da relação Si/Al na formação de poros.

O Gráfico 15 apresenta o comportamento do percentual de volume de poros mediante o aumento do percentual de H_2O_2 para as amostras de relação Si/Al = 2 e Si/Al = 2,5.

Gráfico 15 - Comportamento da porosidade (%) das amostras de acordo com a relação Si/Al



Fonte: A Autora (2021)

No Gráfico 15 é possível observar que as amostras produzidas com a relação Si/Al = 2,5 obtiveram sucesso na adição de H_2O_2 , ao passo em que tiveram o percentual de porosidade aumentado de acordo com o aumento do percentual de peróxido de hidrogênio. A adição de H_2O_2 aumenta o tamanho dos poros e a quantidade de macroporos, uma vez que há um aumento na produção de gás no processo de preparação, o que acarreta em grandes poros e células abertas (Jl et. al, 2020).

As amostras produzidas com Si/Al = 2,0 apresentaram um comportamento controverso, onde obtiveram uma redução do percentual de porosidade com o aumento do percentual de H_2O_2 , evidenciando uma possível incompatibilidade entre a estrutura geopolimérica proposta e o agente formador de poros utilizado, assim como a técnica adotada para adição do material. A distribuição dos poros na matriz geopolimérica é resultante de dois mecanismos de reação de ocorrem de forma simultânea: a decomposição do H_2O_2 e a reação de geopolimerização do metacaulim, e uma vez que a primeira reação ocorre de forma desenfreada, se não

estabilizada, a matriz porosa conterá vazios irregulares que acarretarão em efeitos positivos ou negativos. (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017). Uma distribuição de poros mais estreita pode melhorar as propriedades de isolamento do material, ao passo em que uma ampla distribuição de poros acarreta na formação de uma rede complexa de canais de ar, que interligados levam a uma melhora na resistência acústica da matriz, uma vez em que ocorre a dissipação das ondas sonoras dentro da mesma (PAPA et. al, 2016; FENG et. al, 2015).

A solução de silicato de sódio é capaz de estabilizar a reação de decomposição do peróxido de hidrogênio uma vez que, em solução alcalina, inativa as partículas coloidais de hidróxidos e óxidos metálicos que atuam como catalizadores na decomposição do agente espumante em questão (HAJIMOHAMMADI et. al, 2017; HAO et. al, 2014). Uma vez que na preparação das amostras de geopolímero, o conteúdo de metassilicato de sódio pentahidratado tem um aumento considerável afim de manter as relações finais Si/Al de cada amostra, é possível que o melhor desempenho da relação Si/Al = 2,5 em comparação a Si/Al = 2,0 seja em função de uma maior estabilização do processo de formação dos poros.

6 CONCLUSÕES

Através desta pesquisa, foram desenvolvidos geopolímeros porosos de metacaulim e metassilicato sem uso de agente surfactante a partir da otimização da razão Si/Al e do percentual de peróxido de hidrogênio. No estudo térmico realizado, as temperaturas máximas nas faces superiores dos corpos de prova aquecidos a 120°C ficaram entre 33 e 44°C, sugerindo uma boa eficiência na resistência à propagação da onda térmica. Quando comparados a materiais convencionais, ditos amostras de referência, a amostra produzida com Si/Al = 2,5 obteve desempenho térmico semelhante à argila.

Entre as relações Si/Al estudadas, as amostras com relação Si/Al = 2,5 apresentaram melhores desempenhos, seguidos das amostras com relação Si/Al = 2,0 e das amostras com relação Si/Al = 3,0. Quanto ao Estudo térmico, os melhores resultados foram obtidos pelas amostras com relação Si/Al = 2,5 e com percentual de H₂O₂ igual a 6,0% e 1,5% respectivamente, sendo a amostra GP-2,5-6,0% a amostra mais leve produzida, seguida da amostra GP-2,5-3,0%.

Em relação à resistência à compressão, como já era esperado, os melhores resultados foram obtidos pelas amostras com maior relação Si/Al, ou seja, as amostras de Si/Al = 3,0. Entre as amostras leves, as amostras com relação Si/Al = 2,5 obtiveram uma melhor integridade física após submetidos a força de compressão, quando comparados às amostras de Si/Al = 2,0. As amostras de H₂O₂ = 3,0%, para as relações Si/Al = 2,5 e 3,0, tiveram sua resistência à compressão ligeiramente inferiores às amostras de H₂O₂ = 1,5 e 6,0%.

As amostras com Si/Al = 2,5 apresentaram uma maior absorção de água, assim como resultados de porosidade (%), evidenciando uma melhor formação de poros na matriz geopolimérica, assim como melhor estabilidade dimensional após a cura térmica.

Os resultados observados na Tomografia 3D mostram a crescente distribuição e tamanho dos poros de acordo com o aumento do percentual de peróxido de hidrogênio para as amostras de relação Si/Al = 2,5 e 3,0, sendo melhor observadas nas amostras de relação Si/Al = 2,5. O mesmo não pode ser observado nas amostras de relação Si/Al = 2,0, que apesar de demonstrarem resultados satisfatórios no Estudo térmico, se mostraram materiais mais frágeis. Esta

fragilidade é possível correlacionar a baixa relação Si/Al ao crescimento desordenado dos poros, possivelmente decorrentes a uma estabilização insuficiente dos vazios formados no sistema durante o processo de decomposição do H_2O_2 .

As amostras com relação Si/Al = 3,0, embora mais resistentes, se tornaram mais densas e instáveis dimensionalmente ao passo em sofreram retração considerável durante o período de cura térmica, devido a saída do gás O_2 gerado no processo de decomposição do peróxido de hidrogênio, onde a força da formação do gás aliada a energia do processo de geopolimerização associada a alta relação Si/Al quando comparada às demais amostras, provocou a saída do oxigênio da amostra, reduzindo a quantidade de vazios, fato evidenciado após observação da Tomografia das amostras.

Os resultados obtidos mostram que as amostras com relação Si/Al = 2,5 apresentaram melhor desempenho nas propriedades avaliadas. As características dos poros (como: estabilidade dimensional, baixa densidade, volume, forma e respectiva distribuição), associadas ao excelente resultado no Estudo térmico permitem sugerir que esta configuração de geopolímeros tem potencial para produção de um isolante térmico comercial.

REFERÊNCIAS

- ABDOLLAHNEJAD, Z.; PACHECO-TORGAL, F.; FÉLIX, T.; TAHRI, W.; AGUIAR, J. B. **Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam**. *Construction and Building Materials*. Vol. 80, p. 18–30, 2015.
- AGUILAR, H. M. C.; GALHARDO, M. A. B.; PINHO, J. T. **Application of Energy Conservation Measures and Their Impact on the Thermal-Energetic Performance of a Building in the Brazilian Amazon Region: A Case Study**. *Journal of Solar Energy Engineering*. Vol. 140, 2018.
- AKTACIR, M. A.; BUYUKALACA, O.; YILMAZ, T. **A case study for influence of building thermal insulation on cooling load and air-conditioning system in the hot and humid regions**. *Applied Energy*. Vol. 87, p. 599–607, 2010.
- ALGHAMDI, H.; DAKHANE, A.; ALUM, A.; ABBASZADEGAN, M.; MOBASHER, B.; NARAYANAN, N. **Synthesis and characterization of economical, multi-functional porous ceramics based on abundant aluminosilicates**. *Materials and Design*. Vol. 152, p. 10–21, 2018.
- AL-HOMOUD, M. S. **Performance characteristics and practical applications of common building thermal insulation materials**. *Building and Environment*. Vol. 40, p. 353–366, 2005.
- AL-ZBOON, K.; AL-HARAHSEH, M. S.; HANI, F. B. **Fly ash-based geopolymer for Pb removal from aqueous solution**. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 188, p. 414–421, 2011.
- AN, W.; JIANG, L.; SUN, J.; LIEW, K. M. **Correlation analysis of sample thickness, heat flux, and cone calorimetry test data of polystyrene foam**. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol. 119, p. 229–238, 2015.
- AN, W.; SUN, J.; LIEW, K. M.; ZHU, G. **Effects of building concave structure on flame spread over extruded polystyrene thermal insulation material**. *Applied Thermal Engineering*. Vol. 121, p. 802–809, 2017.
- ARELLANO-AGUILAR, R.; BURCIAGA-DIAZ, GOROKHOVSKY, A.; ESCALANTE-GARCÍA, J. **Geopolymer mortars based on a low grade metakaolin: Effects of the chemical composition, temperature and aggregate:binder ratio**. *Construction and Building Materials*. Vol. 50, p. 642–648, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15220: Desempenho térmico de edificações Parte 1: Definições, símbolos e Unidades**. Rio de Janeiro, 2003.
- AUGHENBAUGH, K. L.; WILLIAMSON, T.; JUENGER, M. C. G. **Critical evaluation of strength prediction methods for alkali-activated fly ash**. *Materials and Structures*. Vol. 48, p. 607–620, 2015.

AUTEF, A. JOUSSEIN, E.; GASGNIER, G.; PRONIER, S.; SOBRADOS, I.; SANZ, J.; ROSSIGNOL, S. **Role of metakaolin dehydroxylation in geopolymer synthesis**. Powder Technology. Vol, 250, p. 33-39, 2013.

AUTEF, A.; JOUSSEIN, E.; POULESQUEN, A.; GASGNIER, G. **Influence of metakaolin purities on potassium geopolymer formulation: The existence of several networks**. Journal of Colloid and Interface Science. Vol 408, 2013.

AZEVEDO, C. C. A. **Estudo de comportamento térmico de compósito à base de gesso e vermiculita**. Dissertação de mestrado. Centro de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2017.

AZIMI, E. A.; ABDULLAH, M. M. A. B.; MING, L. Y.; YONG, H. C.; HUSSIN, K.; AZIZ, I. H. **Processing and properties of geopolymers As thermal insulating materials: a review**. Reviews on Advanced Materials Science. Vol. 44, p. 273-285, 2016.

BAI, C.; COLOMBO, P. **Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A Review**. Ceramics International. Vol. 44, p. 16103–16118, 2018.

BAI, C.; NI, T.; WANG, Q.; LI, H.; COLOMBO, P. **Porosity, mechanical and insulating properties of geopolymer foams using vegetable oil as the stabilizing agent**. Journal of the European Ceramic Society. Vol. 38, p. 799–805, 2018b.

BAI, C.; ZHENG, J.; RIZZI, G. A.; COLOMBO, P. **Low-temperature fabrication of SiC/geopolymer cellular composites**. Composites Part B. Vol. 137, p. 23–30, 2018a.

BARBOSA, V. F. F.; MACKENZIE, K. J. D. **Synthesis and thermal behaviour of potassium silate geopolymers**. Materials Letters. Vol. 57, p. 1477–1482, 2003.

BISWAS, K.; SHRESTHA, S. S.; BHANDARI, M. S.; DESJARLAIS, A. O. **Insulation materials for commercial buildings in North America: An assessment of lifetime energy and environmental impacts**. Energy and Buildings. Vol. 112, p. 256–269, 2016.

BOCA SANTA, R.; SOARES, C.; RIELLA, H. **Geopolymers with a high percentagem of bottom ash for solidication/immobilization of diferente toxic metals**. Journal of Hazardous Materials. Vol. 318, p. 145-153, 2016.

BOKE, N.; BIRCH, G. D.; NYALE, S. M.; PETRIK, L. F. **New synthesis method for the production of coal fly ash-based foamed geopolymers**. Construction and Building Materials. Vol. 75, p. 189+, 2015.

CALLISTER JR., W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução**. 5° ed. LTC Editora, 2002.

CARLSAW, H. S.; JAEGER, J. C. **Conduction of Heat in Solids**. 2° ed. London: Oxford University Press, 1959.

CENTRO BRASILEIRO DE INFORMAÇÃO DE EFICIÊNCIA ENERGÉTICA. **EPE divulga nota técnica sobre avanço da eficiência energética em sistemas de ar condicionado**. Disponível em: <www.procelinfo.com.br>. Acesso em 23 de dezembro de 2018.

CHEN, Z.; LIU, Y.; ZHU, W.; YANG, E. H. **Incinerator bottom ash (IBA) aerated geopolymer**. *Construction and Building Materials*. Vol. 112, p. 1025–1031, 2016.

CYR, M.; IDIR, R.; POINOT, T. **Properties of inorganic polymer (geopolymer) mortars made of glass cullet**. *Journal of Materials Science*. Vol. 47, p. 2782–2797, 2012.

DAVIDOVITS, J. **30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs**. Geopolymer Conference, 28-29 de outubro. Melbourne, Australia, 2002.

DAVIDOVITS, J. **Are modern cements better than ancient cements?** *Structural Survey*. Vol. 6, Issue: 2, p.124-129, 1998.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer: Chemistry and applications**. 4° ed. Institut Géopolymère. França, 2015.

DAVIDOVITS, J. **High-alkali cements for 21st century concretes**. In: **Metha PK, editor. Concrete technology, past, present and future**. Farmington Hills: American Concrete Institute; 1994.

DEMBOVSKA, L.; BAJARE, D.; DUCMAN, V.; KORAT, L.; BUMANIS, G. **The use of different by-products in the production of lightweight alkali activated building materials**. *Construction and Building Materials*. Vol. 135, p. 315+, 2017.

DUAN, P.; SONG, L.; YAN, C.; REN, D.; LI, Z. **Novel thermal insulating and lightweight composites from metakaolin geopolymer and polystyrene particles**. *Ceramics International*. Vol. 43, p. 5115–5120, 2017.

DUXON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, L. J.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymer technology: the current state of the art**. *Journal of Materials Science*. Vol. 42, p. 2917–2933, 2007.

DYLEWSKI, R.; ADAMCZYC, J. **The environmental impacts of thermal insulation of buildings including the categories of damage: A Polish case study**. *Journal of Cleaner Production*. Vol. 137, p. 878-887, 2016.

EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA. **Anuário Estatístico de Energia Elétrica 2017 - ano base 2016**. Ministério de Minas e Energia. Rio de Janeiro, 2017.

FENG, J.; LE, D.; NGUYEN, S. T.; NIEN, V. T. C.; JEWELL, D.; DUONG, H. M. **Silica–cellulose hybrid aerogels for thermal and acoustic insulation**

applications. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects. Vol. 506, p. 298–305, 2016.

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

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A.; VAZQUEZ, T. **Alkaline Activation of Blends of Metakaolin and Calcium Aluminate.** Journal of the American Ceramic Society. Vol. 91, p. 1231–1236, 2008.

FERREIRA, A.L.A.; MATSUBARA L.S. **Radicais livres: conceitos, doenças relacionadas, sistema de defesa e estresse oxidativo.** Revista da Associação Médica Brasileira, v.43, p.61-68, 1997.

GARCÍA, C. I. V. **Síntesis de Geopolímeros Empleando Activación Alcalina de Aluminosilicatos Minerales.** Chihuahua: Tese - Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. Posgrado. 120 p, 2013.

GOLDEMBERG, J. **Ethanol for a Sustainable Energy Future.** Science. Vol. 315 (5813), p. 808-810, 2007.

GOLDEMBERG, J.; PRADO, L. T. **The “decarbonization” of the world’s energy matrix.** Energy Policy. Vol. 38, p. 3274–3276, 2010.

GOULOURE, Z.; NAIT-ALI, B.; ZEKENG, S.; KAMSEU, E.; MELO, U.; SMITH, D.; LEONELLI, C. **Recycled natural wastes in metakaolin based porous geopolymers for insulating applications.** Journal of building engineering. Vol. 3, p. 58-69, 2015.

GUALTIERI, M. L.; CAVALLINI, A.; ROMAGNOLI, M. **Interactive powder mixture concept for the preparation of geopolymers with fine porosity.** Journal of the European Ceramic Society. Vol. 36, p.2641–2646, 2016.

GUALTIERI, M. L.; ROMAGNOLI, M.; GUALTIERI, A. F. **Preparation of phosphoric acid-based geopolymer foams using limestone as pore forming agent – Thermal properties by in situ XRPD and Rietveld refinements.** Journal of the European Ceramic Society. Vol. 35, p. 3167–3178, 2015.

HAJIMOHAMMADI, A.; NGO, T.; MENDIS, P.; NGUYEN, T.; KASHANI, A. **Pore characteristics in one-part mix geopolymers foamed by H₂O₂: The impact of mix design.** Materials & Design. Vol. 130, p. 381–391, 2017.

HAO, L.; WANG, R.; ZHANG, L.; FANG, K.; MEN, Y.; QI, Z.; JIAO, P.; TIAN, J.; LIU, J. **Utilizing cellulase as a hydrogen peroxide stabilizer to combine the biopolishing and bleaching procedures of cotton cellulose in one bath.** Cellulose Journal. Vol 21, p. 777-789, 2014.

HE, J.; ZHANG, J.; YU, Y.; ZHANG, G. **The strength and microstructure of two geopolymers derived from metakaolin and red mud-fly ash admixture: A comparative Study.** Construction and Building Materials. Vol. 30, p. 80-91, 2012.

HE, P.; JIA, D. **Low-temperature sintered pollucite ceramic from geopolymer precursor using synthetic metakaolin.** Journal of Materials Science. Vol. 48, p. 1812–1818, 2013.

HEATH, A.; PAINE, K.; MCMANUS, M. **Minimising the global warming potential of clay based geopolymers.** Journal of Cleaner Production. Vol. 78, p. 75-83, 2014.

HERMANN, E.; KUNZE, C.; GATZWEILER, R.; KIEBIG, G.; DAVIDOVITS, J. **Solidification of various radioactive residues by geopolymer with special emphasis on long-term-stability.** Proceedings of the 2nd International Conference on Geopolymer '99, p. 211–228, 1999.

HUANG, Y.; GONG, L.; SHI, L.; CAO, W.; PAN, Y.; CHENG, X. **Experimental investigation on the influencing factors of preparing porous fly ash-based geopolymer for insulation material.** Energy & Buildings. Vol. 168, p. 9–18, 2018.

HUISKES, D. M. A.; KEULEN, A.; YU, Q. L.; BROUWERS, H. J. H. **Design and performance evaluation of ultra-lightweight geopolymer concrete.** Materials and Design. Vol. 89, p. 516–526, 2016.

INCROPERA, F. P.; DEWITT, D. P.; BERGMAN, T. L.; LAVINE, A. S. **Fundamentals of heat and mass transfer.** 6^o Ed. John Wiley & Sons, Inc. United States Copyright, 2006.

JI, Z.; LI, M.; SU, L.; PEI, Y. **Porosity, mechanical strength and structure of waste-based geopolymer foams by different stabilizing agents.** Construction and Building Materials. Vol. 258, 2020.

JIA, G.; LI, Z.; LIU, P.; JING, Q. **Preparation and characterization of aerogel/expanded perlite composite as building thermal insulation material.** Journal of Non-Crystalline Solids. Vol. 482, p. 192–202, 2018.

JIAO, X.; ZHANG, Y.; CHEN, T. **Thermal stability of a silica-rich vanadium tailing based geopolymer.** Construction and Building Materials. Vol. 38, p. 43–47, 2013.

KAMSEU, E.; NGOULOURE, Z.N.M.; NAIT-ALI, B.; ZEKENG, S.; MELO, U.C.; ROSSIGNOL, S.; LEONELLI, C. **Cumulative pore volume, pore size distribution and phases percolation in porous inorganic polymer composites: Relation microstructure and effective thermal conductivity.** Energy Build. Vol. 88, p. 45–56, 2015.

KAMSEU, E.; RIZZUTI, A.; LEONELLI, C.; PERERA, D. **Enhanced thermal stability in K₂O-metakaolin-based geopolymer concretes by Al₂O₃ and SiO₂ fillers addition.** Journal of Materials Science. Vol. 45, p. 1715–1724, 2010.

KOMNITSAS, K.A. **Potential of geopolymer technology towards green buildings and sustainable cities.** Procedia Engineering. Vol. 21, p. 1023–1032, 2011.

- LANDI, E.; MEDRI, V.; PAPA, E.; DEDECEK, J.; KLEIN, P.; BENITO, P.; VACCARI, A. **Alkali-bonded ceramics with hierarchical tailored porosity**. *Applied Clay Science*. Vol. 73, p. 56–64, 2013.
- LEE, H.; PARK, A.; OLOMAN, C. **Summaries of peer reviewed papers-stability of hydrogen peroxide in sodium carbonate solutions**. *TAPPI Journal*. Vol. 94, 2000.
- LEE, W.; VAN DEVENTER, J. **The effect of ionic contaminants on the Early-age properties of alkali-activated fly ash-based cements**. *Cement and Concrete Research*. Vol. 32, p. 577-584, 2002.
- LEMOUGNA, P. N.; WANG, K.; TANG, Q.; CUI, X. **Study on the development of inorganic polymers from red mud and slag system: Application in mortar and lightweight materials**. *Construction and Building Materials*. Vol. 156, p. 486+, 2017.
- LEMOUGNA, P. N.; WANG, K.; TANG, Q.; MELO, U. C.; CUI, X. **Recent developments on inorganic polymers synthesis and applications**. *Ceramics International*. Vol. 42, p. 15142–15159, 2016.
- LI, L.; YALCIN, B.; NGUYEN, B. N.; MEADOR, M. A. B.; CAKMAK, M. **Flexible Nanofiber-Reinforced Aerogel (Xerogel) Synthesis, Manufacture, and Characterization**. *Applied Materials & Interfaces*. Vol. 11, p. 2491-2501, 2009.
- LI, N.; LUO, G.; LI, B.; HUANG, Y. **Impact of light-weight external thermal insulation materials on building surrounding thermal environment in summer**. *Journal of Central South University*. Vol. 19, p.1639–1644, 2012.
- LIANG, C.; WANG, Z.; WU, L.; ZHANG, X.; WANG, H.; WANG, Z. **Light and Strong Hierarchical Porous SiC Foam for Efficient Electromagnetic Interference Shielding and Thermal Insulation at Elevated Temperatures**. *Applied Materials & Interfaces*. Vol. 9, p. 29550-29957, 2017.
- LIU, J.; FAN, C.; SHI, F.; YU, L.; HUANG, X.; HU, S.; CHEN, B. **Fabrication of Cs_{0.32}WO₃/SiO₂ aerogel multilayer composite coating for thermal insulation applications**. *Materials Letters*. Vol. 181, p. 140–143, 2016.
- LIZCANO, M.; KIM, H. S.; BASU, S.; RADOVIC, M. **Mechanical properties of sodium and potassium activated metakaolin-based geopolymers**. *Journal of Materials Science*. Vol. 47, p. 2607–2616, 2012.
- LOIOLA, A. R.; ANDRADE, J. C. R. A.; SASAKI, J. M.; SILVA, L. R. D.; NASSAR, E. J. **Thermogravimetric and spectroscopic characterization of acidic properties of ZSM-22 zeolite**. *Cerâmica*. Vol. 56, p. 250-254, 2010.
- LONGHI, M. A. **Aglomerante álcali-ativado contendo lodo de ETA e cinza de casca de arroz**. *Dissertação de mestrado em Engenharia Civil – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre*. 184p, 2015.

- LUO, G.; GU, X.; ZHANG, J.; ZHANG, R.; SHEN, Q.; LI, M.; ZHANG, L. **Microstructural, mechanical, and thermal-insulation properties of poly(methyl methacrylate)/silica aerogel bimodal cellular foams**. Applied Materials & Interfaces. DOI: 10.1002/APP.44434, 2017.
- LYNCH, J. L. V.; BAYKARA, H.; CORNEJO, M.; SORIANO, G.; ULLOA, N. A. **Preparation, characterization, and determination of mechanical and thermal stability of natural zeolite-based foamed geopolymers**. Construction and Building Materials. Vol. 172, p. 448–456, 2018.
- MA, J.; DEHN, F. **Investigations on the coefficient of thermal expansion of a low-calcium fly ash-based geopolymer concrete**. Structural Concrete. Vol. 18, p. 781–791, 2017.
- MASI, G.; RICKARD, W. D. A.; BIGNOZZI, M. C.; VAN RIESEN, A. **The effect of organic and inorganic fibres on the mechanical and thermal properties of aluminate activated geopolymers**. Composites Part B. Vol. 76, p. 218-228, 2015.
- MCLELLAN, B. C.; WILLIAMS, R. P.; LAY, J.; VAN RIESEN, A.; CORDER, G. D. **Costs and carbon emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary portland cement**. Journal of Cleaner Production. Vol. 19, p. 1080-1090, 2011.
- MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento Portland e Hidróxido de Cálcio**. Dissertação (mestrado). Departamento de Engenharia de Construção Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 134p, 2011.
- MEDRI, V.; LANDI, E. **Recycling of porcelain stoneware scraps in alkali bonded ceramic composites**. Ceramics International. Vol, 40, p. 307-315, 2014.
- MELLO, R. M.; BRESSIANI, A. H. A. **Influência da microestrutura na resistência ao choque térmico do SiC**. 60º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Águas de Lindóia, SP, 2016.
- MILLS-BROWN, J.; POTTER, K.; FOSTER, S.; BATHO, T. **Thermal and tensile properties of polysialate composites**. Ceramics International. Vol. 39, p. 8917–8924, 2013.
- MINGAZZINI, C.; SCAFE, M.; MAZZANTI, F.; BEZZI, F.; GIORGINI, L.; ZATTINI, G.; D'ANGELO, E.; LAGHI, L.; DE ALOYSIO, G.; BANDINI, S. **Flame resistant composite panels processed from Preceramic Prepregs**. In Proceedings of the 15th Conference & Exhibition of the European Ceramic Society ECERS 2017. P. 9–13, 2017.
- MUNIZ-VILLARREAL, M. S.; MANZANO-RAMÍREZ, A.; SAMPIERI-BULBARELA, S.; GASCA-TIRADO, J.; REYES-ARAIZA, J. L.; RUBIO-ÁVALOS, J. C.; PÉREZ-BUENO, J. J.; APATIGA, L. M. **The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer**. Materials Letters. Vol. 65, p. 995–998, 2011.

MURRI, A. N.; MEDRI, V.; PAPA, E.; LAGHI, L.; MINGAZZINI, C.; LANDI, E. **Porous Geopolymer Insulating Core from a Metakaolin/Biomass Ash Composite**. *Environments*. Vol. 4, p. 86, 2017.

NARAYANAN, A.; SHANMUGASUNDARAM, P. **Evaluation of heat resisting behaviour of basalt fibre reinforced FG tiles**. *Construction and Building Materials*; Vol. 170, p. 679–689, 2018.

NAZARI, A.; BAGHERI, A.; SANJAYAN, J. G.; DAO, M.; MALLAWA, C.; ZANNIS, P.; ZUMBO, S. **Thermal shock reactions of Ordinary Portland cement and geopolymer concrete: Microstructural and mechanical investigation**. *Construction and Building Materials*. Vol. 196, p. 492–498, 2019.

NAZARI, A.; SANJAYAN, J. G. **Synthesis of geopolymer from industrial wastes**. *Journal of Cleaner Production*. Vol. 99, p. 297-304, 2015.

NOVAIS, R. M.; ASCENSÃO, G.; SEABRA, M. P.; LABRINCHA, J. **Waste glass from end-of-life fluorescent lamps as raw material in geopolymers**. *Waste Management*. Vol. 52, p. 245–255, 2016.

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

OKADA, K.; OYAMA, A.; ISOBE, T.; KAMESHIMA, Y.; NAKAJIMA, A.; MACKENZIE, K. **Water retention properties of porous geopolymers for use in cooling applications**. *Journal Of European Ceramic Society*. Vol. 29, p. 1917-1923, 2009.

OUADESSE, H.; DERRIEN, A. C.; LEFLOCH, M.; DAVIDOVITS, J. **MAS-NMR studies of geopolymers heat-treated for applications in biomaterials field**. *Journal of Materials Science*. Vol. 42, p. 3092–3098, 2007.

OZER, I.; SOYER-UZUN, S. **Relations between the structural characteristics and compressive strength in metakaolin based geopolymers with different molar Si/Al ratios**. *Ceramics International*. Vol, 41, p. 10192-10198, 2015.

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S.; A. FUCIC. **Toxicity of building materials**. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited Abington Hall; 2012.

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

PANAGIOTOPOULOU, C.; KONTORI, E.; PERRAKI, T. **Dissolution of aluminosilicate minerals and by-products in alkaline media**. *Journal of Materials Science*. Vol. 42, p. 2967–2973, 2007.

PAPA, E.; MEDRI, V.; KPOGBEMABOU, D.; MORINIÈRE, V.; LAUMONIER, J.; VACCARI, A.; ROSSIGNOL, S. **Porosity and insulating properties of silica-fume based foams**. Energy and Buildings. Vol. 131, p. 223–232, 2016.

QUINTELA, M. A.; MELO, T. M. F.; LAGE, I. J.; PANDOLFELLI, V. C.; RODRIGUES, J. A.; **Evaluation of the thermal shock resistance of carbon-containing refractories**. Cerâmica. Vol. 47 (304), p. 174-179, 2001.

RAHIER, H.; WASTIELS, J.; BIESEMANS, M.; WILLEM, R.; VAN ASSCHE, G.; VAN MELE, B. **Reaction mechanism, kinetics and high temperature transformations of geopolymers**. Journal of Materials Science. Vol. 42, p. 2982–2996, 2007.

RIAHI, S.; NAZARI, A.; GHASEMI, D. **Prediction of Resistance to Water Damage of Geopolymers with Seeded Fly Ash and Rice Husk Bark Ash by Fuzzy Logic**. International Journal of damage mechanics, Vol. 21, p. 822-842, 2012.

RICKARD, W. D. A.; VICKERS, L.; VAN RIESSEN, A. **Performance of fibre reinforced, low density metakaolin geopolymers under simulated fire conditions**. Applied Clay Science. Vol. 73, p. 71–77, 2013.

RIYAP, H.; BEWA, C.; BANENZOUÉ, C.; TCHAKOUTÉ, C.; KAMSEU, E.; BIGNOZZI, M.; LEONELLI, C. **Microstructure and mechanical, physical and structural properties of sustainable lightweight metakaolin-based geopolymer cements and mortars employing rice husk**. Journal of Asian Ceramic Societies. P. 199-212, 2019.

RODRIGUES, G. **Investigação da expansão térmica de Silicetos e boro-silicetos de metais refratários via difração de raios x**. Tese de doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais. Faculdade de Engenharia Química de Lorena. Lorena, 2005.

ROVIELLO, G.; MENNA, C.; TARALLO, O.; RICCIOTTI, L.; MESSINA, F.; FERONE, C.; ASPRONE, D.; CIOFFI, R. **Lightweight geopolymer-based hybrid materials**. Composites Part B. Vol. 128, p. 225-237, 2017.

RUCKDESCHEL, P.; PHILLIP, A.; RETSCH, M. **Understanding Thermal Insulation in Porous, Particulate Materials**. Advanced Functional Materials. Vol. 27, p. 1702256, 2017.

SAHIN, M.; ERDOGAN, S. T.; BAYER, O. **Production of lightweight aerated alkali-activated slag pastes using hydrogen peroxide**. Construction and Building Materials. Vol. 181, p. 106+, 2018.

SANTA, R. A. A. B. **Síntese de geopolímeros a partir de cinzas pesadas e metacaulim para avaliação das propriedades de solidificação/imobilização de resíduos tóxicos**. Tese de doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2016.

- SANTOS, S. F.; RODRIGUES, J. A. **Parâmetros de resistência ao dano por choque térmico em altas temperaturas de refratário de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$** . Anais do 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Curitiba, 2004.
- SANZ-PONT, D.; SANZ-ARAUZ, D. BEDOYA-FRUTOS, C.; FLATT, R. J.; LÓPEZ-ANDRÉS, S. **Anhydrite/aerogel composites for thermal insulation**. Materials and Structures. Vol. 49, p. 3647–3661, 2016.
- SAYGILI, A.; BAYKAL, G. **A new method for improving the thermal insulation properties of fly ash**. Energy and Buildings. Vol. 43, p. 3236–3242, 2011.
- SHAO, N.; ZHANG, Y.; LIU, Z.; WANG, D.; ZHANG, Z. **Fabrication of hollow microspheres filled fly ash based foam geopolymers with ultra-low thermal conductivity and relative high strength**. Construction and Building Materials. Vol. 185, p. 567–573, 2018.
- SHI, J.; LU, L.; GUO, W.; SUN, Y.; CAO, Y. **An Environment-Friendly Thermal Insulation Material from Cellulose and Plasma Modification**. Journal of Applied Polymer Science. DOI: 10.1002/APP.39615, 2013.
- SIERRA-PÉREZ, J.; BOSCHMONART-RIVES, J.; DIAS, A. C.; GABARREL, X. **Environmental implications of the use of agglomerated cork as thermal insulation in buildings**. Journal of Cleaner Production. Vol. 126, p. 97-107, 2016a.
- SIERRA-PÉREZ, J.; BOSCHMONART-RIVES, J.; GABARREL, X. **Environmental assessment of façade-building systems and thermal insulation materials for diferente climatic conditions**. Journal of Cleaner Production. Vol. 113, p. 102-113, 2016b.
- SILVA, F. L. **Estudo da eletrogeração de peróxido de hidrogênio utilizando eletrodos de difusão gasosa modificados com 9,10-fenantraquinona para aplicação no tratamento de efluentes contendo os antibióticos amoxicilina e ampicilina**. Tese de doutorado. Instituto de Química de São Paulo. Universidade de São Paulo. São Carlos, 2018.
- SIMIONI, W. S. **Análise de Erros na Medição de Condutividade Térmica de Materiais Através do Método Fluximétrico**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2005.
- SINGH, P. S.; TRIGG, M.; BURGAR, I.; BASTOW, T. **Geopolymer formation process at room temperature studied by ^{29}Si and ^{27}Al MAS-NMR**. Materials Science and Engineering, Vol. 396, p. 392–402, 2005.
- SNELL, C.; TEMPEST, B.; GENTRY, T. **Comparison of the Thermal Characteristics of Portland Cement and Geopolymer Cement Concrete Mixes**. Journal of Architectural Engineering. 23(2): 04017002, 2017.
- STEINS, P.; POULESQUEN, A.; DIAT, O.; FRIZON, F. **Structural Evolution during Geopolymerization from an Early Age to Consolidated Material**. Langmuir. Vol. 28, p. 8502–8510, 2012.

- TCHAKOUTE, H.; RUSCHER, C.; DJOBO, J.; KENNE, B.; NJOPWOUO, D. **Influence of gibbsite and quartz in kaolin on the properties of metakaolin-based geopolymer cements**. *Applied Clay Science*. Vol. 107, p. 188-194, 2015.
- TURNER, L. K.; COLLINS, F. G. **Carbon dioxide equivalent (CO₂-e) emissions: A comparison between geopolymer and OPC cement concrete**. *Construction and Building Materials*. Vol. 43, p. 125–130, 2013.
- VARGAS, A.; DAL MOLIN, D.; VILELA, A.; SILVA, F.; PAVÃO, B.; VEIT, H. **The effects of Na₂O/SiO₂ molar ratio, curing, temperature and age on compressive strength, morphology and microstructure of alkali-activated fly ash-based geopolymers**. *Cement and Concrete Composites*. Vol. 33, p. 653-660, 2011.
- VASSALO, E. A. S. **Obtenção de geopolímero a partir de metacaulim ativado**. Dissertação de mestrado em Construção Civil – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 104p, 2013.
- VERDOLOTTI, L.; LIGUORI, B.; CAPASSO, I.; ERRICO, A.; CAPUTO, D.; LAVORGNA, M.; IANNACE, S. **Synergistic effect of vegetable protein and silicon addition on geopolymeric foams properties**. *Journal of Materials Science*. Vol. 50, p. 2459–2466, 2015.
- WANG, Y.; DAI, J.; DING, Z.; XU, W. **Phosphate-based geopolymer: Formation mechanism and thermal stability**. *Materials Letters*. Vol. 190, p. 209–212, 2017.
- WO, J.; ZHANG, Z.; ZHANG, Y.; LI, D. **Preparation and characterization of ultra-lightweight foamed geopolymer (UFG) based on fly ash-metakaolin blends**. *Construction and Building Materials*. Vol. 168, p. 771–779, 2018.
- XU, H.; VAN DEVENTER, J. S. J. **The geopolymerisation of alumino-silicate minerals**. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 59, p. 247–266, 2000.
- YIP, C. K.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. J. **The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation**. *Cement and Concrete Research*. Vol. 35, p. 1688– 1697, 2005.
- YOUSEFI, E.; MAJIDI, B. **Effects of free quartz on mechanical behavior of kaolinite based geopolymers**. *Materials Technology*. Vol, 26, 2011.
- YUN-MING, L.; CHENG-YONG, H.; BAKRI, M. M. A.; HUSSIN, K. **Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A review**. *Progress in Materials Science*. Vol. 83, p. 595–629, 2016.
- ZAIDI, S. F. A.; HAQ, E. U.; NUR, K.; EJAZ, N.; ANIS-UR-REHMAN, M. **Synthesis & characterization of natural soil based inorganic polymer foam for thermal insulations**. *Construction and Building Materials*. Vol. 157, p. 994–1000, 2017.
- ZHANG, Z. H.; ZHU, H. J.; ZHOU, C. H.; WANG, H. **Geopolymer from kaolin in China: An overview**. *Applied Clay Science*. Vol. 119, p. 31–41, 2016.

ZHENG, H.; SHAN, H.; BAI, Y.; WANG, X.; LIU, L.; YU, J.; DING, B. **Assembly of silica aerogels within silica nanofibers: towards a super-insulating flexible hybrid aerogel membrane.** RSC Advances. Vol. 5, p. 91813, 2015.

ZHU, W.; RAO, X. H.; LIU, Y.; YANG, E. **Lightweight aerated metakaolin-based geopolymer incorporating municipal solid waste incineration bottom ash as gas-forming agent.** Journal of Cleaner Production. Vol. 177, p. 775-781, 2018.