

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE - UNESC**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE**  
**MATERIAIS**  
**DOUTORADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**CLEIDSON ROSA ALVES**

**PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURA DE GEOPOLÍMEROS**  
**LEVES COM ADIÇÃO DE FIBRAS**

**CRICIÚMA**

**2023**

**CLEIDSON ROSA ALVES**

**PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURA DE GEOPOLÍMEROS  
LEVES COM ADIÇÃO DE FIBRAS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Adriano Michael Bernardin

**CRICIÚMA**

**2023**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

A474p Alves, Cleidson Rosa.

Propriedades mecânicas e microestrutura de  
geopolímeros leves com adição de fibras /  
Cleidson Rosa Alves. - 2023.

106 p. : il.

Tese (Doutorado) - Universidade do Extremo  
Sul Catarinense, Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais, Criciúma,  
2023.

Orientação: Adriano Michael Bernardin.

1. Geopolímeros - Propriedades mecânicas. 2.  
Microestrutura. 3. Fibras. 4. Agentes ativos de  
superfícies. 5. Isolamento térmico. I. Título.

CDD 23. ed. 620.192

Bibliotecária Eliziane de Lucca Alosilla - CRB 14/1101  
Biblioteca Central Prof. Eurico Back - UNESC

Cleudson Rosa Alves

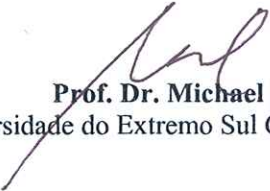
Propriedades mecânicas e microestrutura de geopolímeros leves com adição de fibras.

Esta Tese de Doutorado – TD foi julgada adequada à obtenção do grau de Doutor(a) em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - PPGCEM (Área de concentração: Tecnologia de Materiais) da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC.

Criciúma, SC, 12 de dezembro de 2023.

**Banca Examinadora:**

  
**Prof. Dr. Alexandre Gonçalves Dal-Bó**  
Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC

  
**Prof. Dr. Michael Peterson**  
Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC

Assinado por: RUI MIGUEL TEIXEIRA NOVAIS  
Num. de identificação: 12086036  
Data: 2024.03.20 08:26:32+00'00'

**Prof. Dr. Rui Miguel Teixeira Novais**  
Universidade de Aveiro, UA



Documento assinado digitalmente  
**Fernando Pelisser**  
Data: 21/03/2024 10:00:12-0300  
CPF: \*\*\*.548.350-\*\*  
Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

**Prof. Dr. Fernando Pelisser**  
Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC

"À minha amada família, que sempre esteve ao meu lado, me apoiando e me motivando a alcançar meus objetivos. Esta conquista é nossa. Amo vocês!"

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente gostaria de agradecer à UNESCO, que me recebeu de abraços abertos, fornecendo todos os recursos possíveis para uma boa formação, desde a graduação, passando pela pós-graduação, cursos de aperfeiçoamento e agora no PPGCEM.

Gostaria de agradecer ao PPGCEM, que criou toda a infraestrutura necessária para um ambiente de ensino, pesquisa e extensão que contribui muito para a formação discente e imersão nos trabalhos científicos, agradecer a todo apoio acadêmico ofertado pelo programa.

De forma especial agradecer ao meu professor e orientador Dr. Adriano Michael Bernardin, que de forma muito leve sempre conduziu as orientações de forma tranquila e esclarecedora, disponibilizando seu tempo e estrutura de laboratórios para o desenvolvimento deste trabalho.

Agradecer aos demais professores e servidores do PPGCEM pelas experiências vividas e pelo aprendizado sem tamanho, de forma especial aos professores Dr. Alexandre Gonçalves Dal-Bó, Dr. Fabiano Raupp-Pereira, Dr. Michael Peterson pela disponibilidade de recursos e usos dos equipamentos sob suas responsabilidades.

Agradeço também ao professor Dr. Fernando Pelisser, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da UFSC, que além de me apresentar e orientar sobre o nicho de pesquisas com geopolímeros, disponibilizou equipamentos daquela instituição para o desenvolvimento desta pesquisa.

Gostaria de agradecer ao IFSC, meu local de trabalho, que disponibilizou a oportunidade de afastamento para dedicação integral ao programa por 2 anos e 6 meses, além de disponibilizar sua estrutura de laboratórios para execução dos ensaios concomitantes às atividades de ensino. Em especial aos meus colegas de setor Anderson, Diego, Lucas R. e Lucas F. pelas contribuições na pesquisa.

De forma muito especial agradecer a minha família, que cresceu durante este período de doutorado de 3 para 5 integrantes (Sandra, Ana, Cecilia e Betina e Eu), sempre me trazendo o carinho e alegria necessários para encarar a rotina de estudos, trabalho e lazer, além da compreensão pelos momentos de ausência física.

Agradeço à CAPES, que pelo programa PROSUC concedeu bolsa de estudos que me oportunizou a entrada neste programa, sem este apoio financeiro eu não teria condições de cursar e concluir esta etapa de estudos.

Agradecer a Deus, pelas oportunidades e pela saúde, em especial deixar o registro do período pandêmico em que passamos entre os anos de 2019-2022, concomitante ao tempo deste doutorado, onde colegas próximos não poderão assistir a este momento pois partiram, nos deixando apenas saudades.

Por fim gostaria de expressar minha gratidão e reconhecimento por todos os que contribuíram de alguma forma para o sucesso desta pesquisa e tese.

“Na Natureza, nada se cria, nada se perde, tudo se transforma.”

Antoine Laurent Lavoisier

## RESUMO

Geopolímeros leves apresentam potencial para aplicações inovadoras, como material de baixa condutividade térmica, regulador de pH, material adsorvente e concreto leve. No entanto, esses materiais geralmente possuem uma natureza frágil. Neste estudo, avaliou-se a possibilidade de utilizar fibras de vidro ou polipropileno como agentes de reforço em uma matriz aerada por meio da combinação do surfactante dodecil sulfato de sódio (SDS) com o agente de expansão peróxido de hidrogênio ( $H_2O_2$ ), com o objetivo de garantir boa resistência mecânica, aliada à baixa condutividade térmica. As argamassas leves foram produzidas com metacaulim, ativadores alcalinos e areia padrão normatizada. A inovação deste trabalho está na associação de fibras como reforço em geopolímeros leves e nas alterações microestruturais resultantes da combinação do agente porogênico com o surfactante. Para isso, foram analisadas experimentalmente as propriedades microestruturais no estado fresco e propriedades físicas como densidade, porosidade, condutividade térmica e módulo dinâmico, bem como propriedades mecânicas, incluindo resistência à compressão e resistência à flexão. As fibras foram adicionadas nas proporções de 1,5% e 3% em massa, e o surfactante foi adicionado nas concentrações de 0,2% e 0,8% em massa. Esses resultados demonstraram que a estratégia proposta para o uso de agentes de reforço, combinada com o controle do volume de poros, é eficaz, uma vez que melhorou as propriedades mecânicas, com ganhos de até 71,3% na resistência à flexão e 72% na resistência à compressão. Além disso, observou-se uma baixa condutividade térmica (0,15 W/m.K) e densidade aparente ( $1000 \text{ kg/m}^3$ ) nas argamassas. Essas melhorias, juntamente com a resistência à flexão (4,52 MPa) e à compressão (16,87 MPa), sugerem sua utilização tanto em materiais voltados para o isolamento térmico quanto para uso em paredes estruturais leves com baixo peso.

**Palavras-chave:** Geopolímeros leves, fibras, surfactantes, materiais leves, isolamento térmico, condutividade térmica.

## ABSTRACT

Lightweight geopolymers show innovative applications as low thermal conductivity materials, pH regulators, adsorbent materials and lightweight concretes, However, these materials are generally brittle. Therefore, in this study, the use of fiberglass and polypropylene fiber as reinforcing agents in an aerated matrix was evaluated by combining the sodium dodecyl sulfate (SDS) surfactant with hydrogen peroxide ( $H_2O_2$ ) as foaming agent, aiming adequate mechanical strength with low thermal conductivity. Lightweight mortars were produced with metakaolin, alkaline activators and standard sand. The innovation of the work lies in the use of fibers as reinforcement in light geopolymer with microstructural changes caused by the combination of the porogenic agent with surfactant. To this end, microstructural properties in the fresh state, physical properties as density, porosity, thermal conductivity and dynamic modulus, and mechanical properties as compressive strength and flexural strength were investigated. The fibers were added to the geopolymeric matrix at 1.5 and 3 wt.% and the surfactant was added at 0.2 and 0.8 wt.%. As a result, the proposed strategy of using reinforcing agents combined with the control of pore volume is effective, as the mechanical properties were improved, with 71.3% increase in flexural strength and 72% increase in tensile compressive strength. The low thermal conductivity (0.15 W/m.K) and apparent density ( $1000 \text{ kg/m}^3$ ) of the mortars combined with their flexural (4.52 MPa) and compressive (16.87 MPa) strengths suggests the use of the light geopolymer for thermal insulation and in low-weight structural walls.

**Keywords:** Lightweight geopolymers, fibers, surfactants, lightweight materials, thermal insulation, thermal conductivity.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Histórico das publicações na base de dados do Science Direct .....	14
Figura 2. Modelo de geopolimerização .....	21
Figura 3. Tipos de sialatos conforme organização química .....	23
Figura 4. Esquema típico para formação de espuma direta .....	29
Figura 5. Mecanismos de desestabilização de espuma .....	30
Figura 6. Relação entre a condutividade e resistência à compressão segundo Novais <i>et. al.</i> (2016) .....	34
Figura 7. Resistência à compressão de pasta/argamassa em função do teor de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	35
Figura 8. Artigos publicados até 2022 referentes a compósitos geopoliméricos .....	37
Figura 9. Esquema de mecanismo de ponte de fibras em compósitos geopoliméricos .....	39
Figura 10. Imagem por MEV/EDS de compósito geopolimérico com fibras de polipropileno com adição de emulsão poli acrílica. ....	42
Figura 11. Resistência à flexão em argamassa com Fibra de Vidro AR .....	43
Figura 12. Fluxograma do procedimento experimental .....	44
Figura 13. Calcinação do caulim .....	45
Figura 14. Medição do módulo dinâmico.....	54
Figura 15. Ensaio de Resistência à compressão .....	55
Figura 16. Determinação da Resistência à flexão das amostras.....	56
Figura 17. Medição da condutividade térmica em equipamento C-Therm .....	58
Figura 18. Curva de distribuição de tamanho de partículas do metacaulim .....	59
Figura 19. Espectro por difração de raio X da amostra de metacaulim.....	62
Figura 20. Termogramas obtidos por DSC/TG para a amostra de metacaulim.....	63
Figura 21. Ensaio de consistência pelo método 'flow table' .....	64
Figura 22. Imagens do ensaio de consistência – 'flow table'.....	65
Figura 23. Superfície de resposta 'flow table': (a) Combinação do percentual de surfactante x percentual de fibra; (b) combinação do tipo de fibra x percentual de fibra .....	66
Figura 24. Densidade aparente argamassas geopoliméricas no estado endurecido	69
Figura 25. Superfície de resposta para densidade aparente em argamassas geopoliméricas no estado endurecido.....	70

Figura 26. Porosidade total das argamassas geopoliméricas .....	71
Figura 27. Amostra (a) retificada usada para contagem de poros e amostra (b) rompida em ensaio de flexão para análise morfológica .....	73
Figura 28. Imagem (a) microscópica da seção transversal da amostra referência e tratamento de imagem (b) com software ImageJ. ....	73
Figura 29. Tamanho médio dos poros e área de poros.....	75
Figura 30. Imagem ótica das amostras (1) e imagens binárias (2) extraídas do ImageJ .....	77
Figura 31. Superfície de resposta para tamanho médio dos poros .....	78
Figura 32. Distribuição dos poros na matriz com 1,5% de FP.....	79
Figura 33. Imagens obtidas por microscópio eletrônico de varredura. ....	81
Figura 34. Análise por EDS de: (A) REF, (B) FP1508, (C)FV3002 .....	82
Figura 35. Análise da dispersão das fibras na matriz com auxílio do MEV: (a) FV3002; (b) FP3002 .....	83
Figura 36. Dispersão ilustrada das fibras na matriz .....	83
Figura 37. Resistência à compressão das amostras aos 28 dias.....	84
Figura 38. Superfície de resposta para resistência à compressão.....	85
Figura 39. Comparativo entre trabalhos avaliando resistência à compressão × densidade.....	86
Figura 40. Resistência específica das argamassas geopoliméricas porosas.....	87
Figura 41. Módulo de elasticidade dinâmico das amostras.....	88
Figura 42. Comparativo entre módulo, RC e poros por área.....	90
Figura 43. Resistência à flexão das amostras.....	91
Figura 44. Superfície de resposta para Resistência à Flexão. ....	92
Figura 45. Condutividade térmica das amostras .....	94
Figura 46. Superfície de resposta para condutividade térmica .....	95
Figura 47. Relação entre condutividade térmica e tamanho dos poros.....	96

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Intervalo para teores de óxidos dos materiais precursores .....	25
Tabela 2. Comparativo entre geopolímero + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> x isolantes térmicos.....	33
Tabela 3. Composição química em massa (%) do precursor caulim Esmalglass .....	45
Tabela 4. Composição química em massa (%) do silicato de sódio MQB .....	46
Tabela 5. Especificação da fibra de vidro.....	47
Tabela 6. Planejamento experimental .....	48
Tabela 7. Percentual em massa (g) dos materiais utilizados nas amostras .....	50
Tabela 8. Propriedades físicas do metacaulim.....	59
Tabela 9. Composição química do metacaulim .....	60
Tabela 10. Relações molares do ligante geopolimérico .....	61
Tabela 11. ANOVA para 'flow table' .....	66
Tabela 12. ANOVA para densidade aparente .....	71
Tabela 13. ANOVA para o tamanho dos poros (a) e poros por área (b) .....	74
Tabela 14. ANOVA para a resistência à compressão .....	85
Tabela 15. ANOVA para o módulo de elasticidade .....	89
Tabela 16. ANOVA para a resistência à flexão .....	92
Tabela 17. Relação entre resistência à compressão e à flexão .....	93
Tabela 18. ANOVA para a condutividade térmica .....	95

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT: Associação Brasileira de Normas Técnicas  
ANOVA: Análise de Variância  
ASTM: American Society for Testing and Materials  
AR: Álcali Resistente  
CGRF: Compósitos geopoliméricos reforçados com fibra  
CRF: Concreto reforçado com fibras  
CT: Condutividade térmica  
CTAB: Brometo de cetiltrimetil amônio  
DF: Espumação direta  
DRX: Difração de raios X  
EDS: Espectroscopia por dispersão de energia  
EPS: Poliestireno expandido  
FV: Fibra de vidro  
FP: Fibra de polipropileno  
GP: Geopolímero  
GPs: Geopolímeros porosos  
GFs: Espumas geopoliméricas  
IPT: Instituto de Pesquisas Tecnológicas  
MEV: Microscópio eletrônico de varredura  
MK: Metacaulim  
MKG: Geopolímero de metacaulim  
NBR: Norma Brasileira  
PET: Politereftalato de etileno  
PPA: Emulsão poli acrílica  
PP: Polipropileno  
PVA: Álcool poli vinílico  
RC: Resistência à compressão  
RF: Resistência à flexão  
SDS: Dodecil Sulfato de Sódio  
TG: Termogravimetria  
XPS: Poliestireno extrudado

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>13</b>
1.1	OBJETIVOS .....	17
1.1.1	<b>Objetivo geral</b> .....	<b>17</b>
1.1.2	<b>Objetivos específicos</b> .....	<b>17</b>
1.2	ESTRUTURA DA TESE .....	17
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>19</b>
2.1	HISTÓRIA DOS GEOPOLÍMEROS .....	19
2.2	MECANISMOS DE GEOPOLIMERIZAÇÃO .....	20
<b>2.2.1</b>	<b>Química dos geopolímeros</b> .....	<b>24</b>
2.3	GEOPOLÍMEROS POROSOS.....	26
<b>2.3.1</b>	<b>Agentes estabilizadores de bolhas</b> .....	<b>28</b>
<b>2.3.2</b>	<b>Peróxido de Hidrogênio como agente de expansão</b> .....	<b>32</b>
2.4	GEOPOLÍMEROS COM ADIÇÃO DE FIBRAS .....	36
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>43</b>
3.1	MATERIAIS.....	44
<b>3.1.1</b>	<b>Precursor</b> .....	<b>44</b>
<b>3.1.2</b>	<b>Ativadores alcalinos</b> .....	<b>45</b>
<b>3.1.3</b>	<b>Agente porogênico</b> .....	<b>46</b>
<b>3.1.4</b>	<b>Agregado</b> .....	<b>46</b>
<b>3.1.5</b>	<b>Fibras</b> .....	<b>47</b>
3.2	SÍNTESE DOS GEOPOLÍMEROS.....	47
<b>3.2.1</b>	<b>Dosagem</b> .....	<b>47</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Preparação das amostras</b> .....	<b>49</b>
3.3	CARACTERIZAÇÃO DO PRECURSOR .....	50
<b>3.3.1</b>	<b>Análise microestrutural do precursor</b> .....	<b>50</b>
<b>3.3.2</b>	<b>Fluorescência de raios X</b> .....	<b>50</b>
<b>3.3.3</b>	<b>Análise térmica do precursor</b> .....	<b>51</b>
<b>3.3.4</b>	<b>Distribuição granulométrica</b> .....	<b>51</b>
3.4	CARACTERIZAÇÃO DO COMPOSÍTO .....	51
<b>3.4.1</b>	<b>Ensaio de consistência</b> .....	<b>51</b>
<b>3.4.2</b>	<b>Análise morfológica</b> .....	<b>52</b>
<b>3.4.3</b>	<b>Densidade real e aparente</b> .....	<b>52</b>

3.4.4	<b>Módulo de elasticidade.....</b>	<b>53</b>
3.4.5	<b>Resistência à compressão .....</b>	<b>54</b>
3.4.6	<b>Resistência à flexão.....</b>	<b>55</b>
3.4.7	<b>Resistência específica das amostras.....</b>	<b>56</b>
3.4.8	<b>Condutividade térmica.....</b>	<b>57</b>
3.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	58
4	<b>APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS DADOS .....</b>	<b>59</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO METACAULIM .....	59
4.1.1	<b>Difração a laser .....</b>	<b>59</b>
4.1.2	<b>Fluorescência de raios X.....</b>	<b>60</b>
4.1.3	<b>Difratometria de Raios X.....</b>	<b>61</b>
4.1.4	<b>Análise térmica.....</b>	<b>63</b>
4.2	MESA DE CONSISTÊNCIA ('FLOW TABLE').....	63
4.3	DENSIDADE APARENTE E POROSIDADE.....	68
4.4	DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DOS POROS.....	72
4.5	ANÁLISE MORFOLÓGICA .....	79
4.6	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	84
4.7	MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	88
4.8	RESISTÊNCIA À FLEXÃO.....	90
4.9	CONDUTIVIDADE TÉRMICA .....	93
	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>97</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>99</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A crescente demanda mundial por energia tem sido uma das principais causas do desenvolvimento insustentável do planeta. Até 2030, a previsão é que a demanda por energia elétrica crescerá cerca de 40%, chegando a 16,8 bilhões de toneladas equivalentes de petróleo (Abdollahnejad *et al.*, 2015). As edificações são responsáveis pelo consumo de 40% desta energia ao longo do seu ciclo de vida (Allouhi *et al.*, 2015), desta forma pode-se ver facilmente o elevado potencial de economia de energia que este subsetor pode representar.

Atualmente, um dos métodos mais aplicados para economizar energia é a utilização de materiais de isolamento térmico em sistemas de paredes internas e/ou externas (Gao *et al.*, 2020). Estes materiais podem limitar efetivamente o fluxo de transferência de calor através dos edifícios e podem ser divididos nos tipos orgânico, inorgânico e metálico (Abu-Jdayil *et al.*, 2019).

A maioria dos materiais de isolamento, como por exemplo o poliestireno, está associada a impactos negativos em termos de toxicidade. O poliestireno contém aditivos antioxidantes e retardadores de ignição, além disso, sua produção envolve a geração de benzeno e clorofluorcarbono; já o poliuretano é obtido a partir de isocianatos, que são amplamente conhecidos pela associação a problemas ambientais (Abdollahnejad *et al.*, 2015)

Embora os materiais de isolamento térmico orgânicos tenham baixa condutividade térmica e baixa densidade, eles são considerados perigosos devido a suas propriedades de combustão, o que restringe suas aplicações na área de construção (Jiang *et al.*, 2014). Desta forma, os materiais de isolamento térmico inorgânicos tornaram-se um foco de pesquisa por serem incombustíveis e de baixo custo (Bai *et al.*, 2016; Feng *et al.*, 2015).

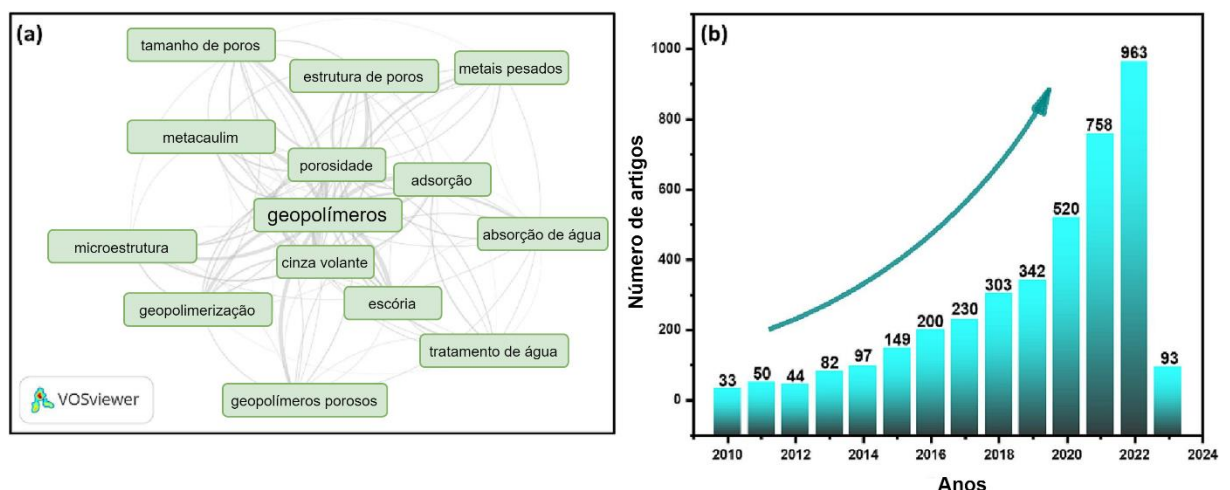
Neste contexto, as investigações no campo dos geopolímeros (também conhecidos como cerâmica quimicamente ligada) tiveram um aumento exponencial após os resultados da pesquisa de Davidovits (Davidovits, 1991) que desenvolveu e patenteou ligantes obtidos a partir da ativação alcalina do metacaulim, dando-lhes o nome de "geopolímero" em 1978. Estes materiais ricos em SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> possuem diversas vantagens como produção com tecnologia de baixo custo e verde;

estabilidade química; não inflamáveis; resistentes à alta temperatura e capacidade de atingir grandes resistências nas primeiras idades (Provis, Palomo e Shi, 2015).

Somando-se a isso, atualmente os geopolímeros porosos (GPs) têm sido o foco de pesquisas promissoras no campo de materiais inorgânicos porosos, por serem um tipo de material de isolamento térmico em perspectiva (Feng *et al.*, 2015). Além de serem utilizados na construção, esses materiais podem ser aplicados de forma viável em diversas áreas ambientais, atuando como adsorventes de tipo volumétrico, agentes tampão para pH e catalisadores. Essa utilização pode proporcionar desempenho e vantagens técnicas superiores se comparada aos seus equivalentes em pó. (Novais, Pullar, Robert. C. e Labrincha, 2020).

Diversos agentes formadores de poros em geopolímeros foram estudados recentemente (Bai e Colombo, 2018; Novais, Pullar, Robert. C. e Labrincha, 2020; Zhang *et al.*, 2014), porém dentre os diversos agentes, o efeito do  $H_2O_2$  como agente de expansão em geopolímeros leves à base de perlita, cinza volante, ou compósitos diversos mostrou-se eficiente e de custo baixo (Abdollahnejad *et al.*, 2015; Alves *et al.*, 2023; Feng *et al.*, 2015; Palmero *et al.*, 2015). A Figura 1 apresenta um mapa temático publicado por (Ettahiri *et al.*, 2023) considerando as palavras-chave mais citadas e o número de artigos relacionados publicados sobre tratamento de água usando materiais geopoliméricos porosos entre 2010 e 2023, conforme encontrado na base de dados Science Direct, que mostram o avanço e o interesse por este tipo de material promissor.

Figura 1. Histórico das publicações na base de dados do Science Direct



Fonte: (Ettahiri *et al.*, 2023) adaptado pelo autor

Neste contexto, em uma pasta à base de metacaulim e cinza volante, Novais et al. (2016) produziram geopolímeros porosos com as seguintes relações molares  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3.1$ ,  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2.0$  e  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0.6$ , variando a concentração de peróxido de hidrogênio entre 0.03% e 1.2%. Os autores observaram que para concentração de 1,2% de  $\text{H}_2\text{O}_2$  o geopolímero atingiu uma condutividade térmica de 0,107 W/m.K, que é menor do que a dos materiais típicos usados como placas divisórias e painéis de parede, como gesso cartonado e placa de fibra de madeira. Já Alves et al. (2023) para uma argamassa geopolimérica aerada com  $\text{H}_2\text{O}_2$  conseguiram uma redução na condutividade térmica de 0,88 W/m.K para 0,36 W/m.K, quando o teor de  $\text{H}_2\text{O}_2$  era de 0,6%.

Do mesmo modo, adicionando surfactante comercial (Tween 80) em 5% em massa na mistura para controlar a formação de bolhas em GPs de metacaulim, Jaya et al. (2020) concluíram que o tamanho e conectividade dos poros influenciaram diretamente na condutividade térmica dos materiais, atingindo 0,1 W/m.k de condutividade térmica para adição de 1,25% de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , mostrando que a combinação de agente formador de poros e surfactante pode ser uma alternativa para aumentar a porosidade nos materiais.

Por outro lado, a tenacidade à fratura dos geopolímeros está entre 0,101 e 0,129 MPa·m<sup>1/2</sup>, que é semelhante à do cimento Portland comum, considerado um material quebradiço. Conseqüentemente, não é confiável aplicar geopolímero em projetos estruturais de alta resistência e para aplicações como placas e painéis (Shaikh, 2013). Para melhorar estas propriedades, fibras nas diferentes formas de fios, filamentos e nanopartículas têm sido utilizadas como reforço em compósitos de geopolímero (Al-mashhadani *et al.*, 2018; Chen *et al.*, 2018; Natali, Manzi e Bignozzi, 2011). Em princípio, três requisitos principais precisam ser considerados na seleção de fibra como reforço em compósitos de cimento e geopolímero, incluindo: a) compatibilidade das propriedades do material com a aplicação, b) interação fibra-matriz suficiente para transmitir tensões, e c) relação de aspecto ideal para garantir um comportamento pós-fratura eficaz (Ranjbar *et al.*, 2016).

Como a reação de geopolimerização acontece em meio alcalino, é importante verificar se as fibras utilizadas não estarão propensas à degradação no ambiente altamente alcalino de materiais cimentícios (Ajouguim *et al.*, 2023). A este

respeito, a fibra de vidro AR (resistente aos álcalis) vem sendo utilizada para resistir ao ambiente alcalino de compósitos cimentícios.

As fibras de polipropileno e PET também têm sido utilizadas em geopolímeros, porém devido a sua natureza hidrofóbica com ligantes cimentícios é necessário um tratamento superficial nas fibras. Os princípios básicos destes métodos são o aumento da rugosidade da superfície e a ativação de grupos polares das fibras. No entanto, às vezes eles têm efeitos adversos nas fibras, diminuindo a seção transversal das fibras, o que afeta as propriedades mecânicas do compósito (Treibal *et al.*, 2016).

Ranjbar *et al.* (2016) compararam a incorporação de fibras de aço e polipropileno na matriz de geopolímero à base de cinzas volantes; as fibras de aço resultaram em uma melhoria notável no grau de absorção de energia, resistência à flexão e redução da retração, sem uma influência tangível na resistência à compressão. Em contraste, as fibras de polipropileno mostraram características hidrofóbicas que levaram a um contato fraco com o aglutinante no estado fresco e descolamento da matriz ao longo do tempo. Porém, a absorção de energia foi melhorada em comparação com a pasta de geopolímero sem fibra.

Apesar dos vários estudos de geopolímeros densos com adição de fibras, ainda são poucos os relatos de pesquisas que avaliaram o comportamento das fibras em materiais porosos para aplicação na construção. Apenas alguns trabalhos relataram a adição de fibras de vidro e carbono em matrizes aeradas de resíduo de fibra de vidro e pó de alumínio em argamassa geopolimérica (Le, 2019; Senff *et al.*, 2020; Zhang *et al.*, 2021). Em um trabalho com fibra de vidro em uma matriz aerada por pó de alumínio, as propriedades mecânicas foram aprimoradas, com ganhos de 23% e 30% nos valores de resistência à flexão e à compressão nas argamassas contendo 0,2% em massa de pó de alumínio e teor máximo de fibra de 2% (Senff *et al.*, 2019).

Esta lacuna foi o objetivo principal desta pesquisa, ou seja, estudar a composição ideal do geopolímero para que a interação das fibras no material poroso apresentasse melhora no comportamento mecânico, e avaliar o uso de surfactante, verificando o efeito combinado da morfologia dos poros e sua interação com o agente formador de poros.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo geral

Avaliar o efeito da adição de fibras e a combinação do agente surfactante com agente porogênico na interação fibra-matriz e no desempenho dos geopolímeros leves obtidos a partir de metacaulim.

### 1.1.2 Objetivos específicos

Para atingir o objetivo proposto, foi necessário alcançar os seguintes objetivos específicos:

- a. Determinar as propriedades físicas e mecânicas no estado fresco e endurecido em função dos percentuais de fibras adicionados;
- b. Relacionar as fases presentes, morfologia e tamanho de poros com as propriedades obtidas;
- c. Avaliar o efeito da adição do surfactante na incorporação de ar;
- d. Estudar por análise de imagem a interação fibra/matriz e suas modificações estruturais;
- e. Avaliar o potencial de aplicação destes compósitos fibrosos como materiais leves para construção civil.

## 1.2 ESTRUTURA DA TESE

Esta tese está dividida em 05 (cinco) capítulos.

Inicialmente, o Capítulo I introduz o tema acerca da evolução dos geopolímeros chegando até os geopolímeros porosos, os principais resultados e melhorias que este material apresenta, depois os avanços com materiais compósitos à base de fibras e geopolímeros, logo após o objetivo do trabalho é traçado e seu potencial inovador.

No Capítulo II é apresentada uma revisão bibliográfica sobre o desenvolvimento de vários estudos científicos acerca do tema, desde a origem dos geopolímeros, a utilização como material leve ou poroso, a utilização de fibras como

agente de reforço, a utilização de surfactantes como agente estabilizantes de bolhas e o desenvolvimento e a aplicação de materiais compósitos na indústria.

No Capítulo III é abordada a parte experimental desenvolvida nesta pesquisa, desde os materiais utilizados e os métodos disponíveis para caracterização físico-química das amostras e dos compósitos, bem como das propriedades mecânicas.

No Capítulo IV são apresentados os resultados e discussões, mostrando um paralelo entre os resultados obtidos com os dados semelhantes relatados por artigos similares.

No Capítulo V são apresentadas as conclusões e sugestões de pesquisas futuras.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 HISTÓRIA DOS GEOPOLÍMEROS

O termo "geopolímero" foi denominado na década de 1970 pelo cientista e engenheiro francês Prof. Joseph Davidovits e aplicado a uma classe de materiais sólidos sintetizados pela reação de um pó de aluminossilicato com uma solução alcalina (Davidovits, 1991). Esses materiais foram originalmente desenvolvidos como polímeros termofixos inorgânicos como uma alternativa resistente ao fogo logo após uma série de incêndios na Europa. Os produtos baseados neste trabalho inicial encontraram aplicação como revestimentos para proteção contra incêndio em navios de cruzeiro, como resina em compósitos de fibra de carbono de alta temperatura, na proteção térmica de estruturas de madeira, como um adesivo resistente ao calor, como um refratário monolítico e em várias outras aplicações de nicho (Provis e Deventer, Van, 2009). No entanto, a aplicação principal destes aglutinantes de geopolímero tem sido na construção civil. Isso se deve principalmente ao trabalho de Wastiels (Wastiels, 1994), que produziu geopolímeros confiáveis e de alto desempenho pela ativação alcalina de cinzas volantes, um subproduto da combustão do carvão.

Geopolímeros de metacaulim são frequentemente usados como um "sistema modelo" devido a sua composição química e mineralógica que fornece os aspectos e relações molares ideais para a geopolimerização. Já a cinza volante, devido a sua heterogeneidade, geralmente necessita de complementação com outra fonte de aluminossilicato para ajuste na composição química (Provis e Deventer, Van, 2007).

Apesar dos estudos com geopolímeros terem iniciado no final do século XX, várias teorias foram propostas tentando ligar aspectos da tecnologia de geopolimerização à construção de estruturas antigas, mais particularmente as Pirâmides do Egito. Embora a veracidade de tais argumentos ainda esteja sob intenso debate, a química envolvida nos blocos das Pirâmides estaria muito próxima dos sistemas álcali ativados de aluminossilicato que hoje são descritos como geopolímeros (MacKenzie *et al.*, 2011).

Estes compostos também são comumente encontrados em amostras de estruturas antigas existentes na Grécia, Chipre e Itália, algumas com quase 9.000 anos de idade e em outras estruturas do período da Antiguidade. Considera-se que a excelente durabilidade dessas estruturas está relacionada com a existência de tais compostos. A preservação das pirâmides por milhares de anos pode ser a prova da extrema durabilidade dos materiais geopolimérico (Davidovits, 1991)

Os materiais aqui referidos como 'geopolímeros' também foram descritos na literatura acadêmica como polímeros minerais, polímeros inorgânicos vitrificados, cimento álcali ativado, cerâmicas com ligação alcalina, cimentos de solo, hidrocerâmica e uma variedade de outros nomes. Os termos 'geopolímero' e 'polímero inorgânico' são os termos mais usuais nas pesquisas acadêmicas.

## 2.2 MECANISMOS DE GEOPOLIMERIZAÇÃO

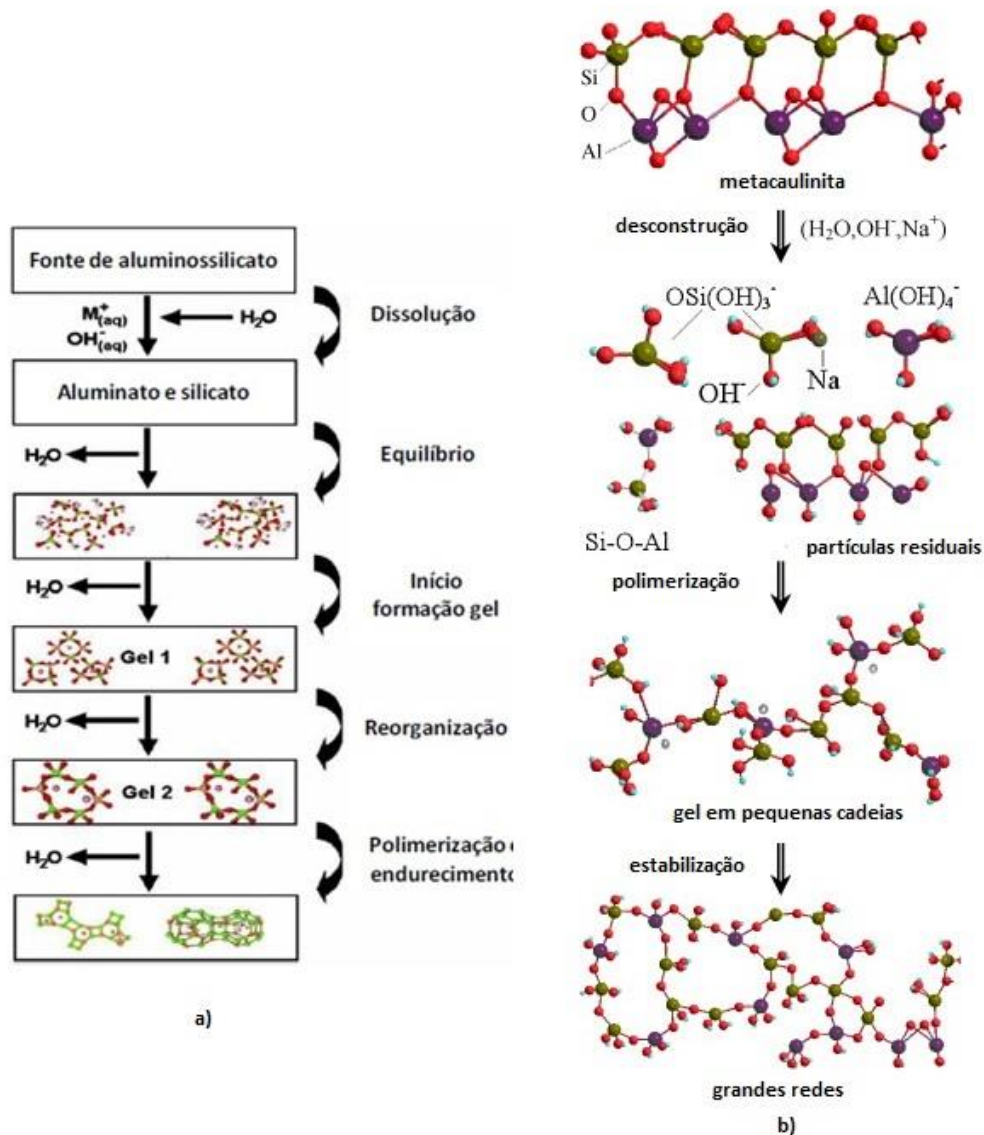
A geopolimerização ou ativação alcalina consiste na reação, em meio altamente alcalino, entre materiais ricos em sílica e em alumina. Nesta reação são criadas ligações do tipo Si-O-Al-O (Komnitsas e Zaharaki, 2007).

Como resultado desta síntese, ocorre uma reação química entre compostos de aluminossilicato sólidos e um hidróxido alcalino altamente concentrado ou solução de silicato (Davidovits, 1991). Os compostos de aluminossilicato podem ocorrer naturalmente na forma de caulim, metacaulim ou podem ser obtidos de fontes de resíduos industriais, como cinzas volantes e escórias, provenientes de usinas de carvão e da indústria siderúrgica (por exemplo, escória de alto forno), respectivamente.

Nestes materiais ocorre a dissolução da fonte de aluminossilicato por hidrólise devido ao ativador alcalino, produzindo espécies de aluminato e silicato, e geralmente é explicada como o mecanismo responsável pela transformação das partículas de aluminossilicato durante a geopolimerização (Duxson *et al.*, 2007). Após a dissolução, as espécies são incorporadas à fase aquosa que reage com os silicatos da solução ativadora. Os aluminossilicatos amorfos são dissolvidos rapidamente em elevado pH, resultando em uma solução de aluminossilicato altamente saturada. Isso resulta na formação de uma estrutura do tipo gel e, devido à condensação, grandes redes são formadas por oligômeros no estágio aquoso. Esse processo resulta na

liberação de água que auxilia na formação de um gel hidratado. Esta estrutura de gel é denominada bifásica, com o ligante aluminossilicato e a água como as duas fases. O tempo de conversão entre a solução aquosa supersaturada de aluminossilicato em gel depende da composição do material fonte, da concentração da solução ativadora e das condições de síntese. Após o processo de gelificação, o sistema continua se reorganizando conforme as ligações da rede de gel aumentam, resultando na rede tridimensional de aluminossilicato comumente conhecida como geopolímero (Duxson *et al.*, 2007; Yao *et al.*, 2009). Um resumo esquemático deste processo é descrito na Figura 2.

Figura 2. Modelo de geopolimerização



Fonte: a)(Duxson *et al.*, 2007) ; b)(Yao *et al.*, 2009), adaptador pelo autor.

A fase de nucleação do material aluminossilicato e a formação de espécies poliméricas dependem principalmente dos parâmetros termodinâmicos e cinéticos (por exemplo, condições de síntese, como temperatura e mistura) e explica as duas primeiras etapas propostas por Glukhovsky (1959). O crescimento é a fase durante a qual os núcleos atingem um tamanho crítico e os cristais começam a amadurecer. Esses processos de desenvolvimento e reorganização das ligações de aluminossilicato determinam as características da microestrutura, o tamanho dos poros e a distribuição do material, que são cruciais na determinação de muitas propriedades físicas e químicas dos materiais geopoliméricos (Duxson *et al.*, 2007).

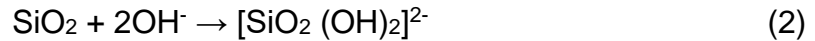
Durante a geopolimerização, uma vez que o pó de silicato de alumínio é misturado com a solução alcalina, uma pasta se forma e rapidamente se transforma em um geopolímero duro. Portanto, não há tempo e espaço suficientes para o gel ou pasta crescer em uma estrutura bem cristalizada, esta é a diferença fundamental entre zeólitas e geopolímeros. O processo de geopolimerização envolve lixiviação, difusão, condensação e etapas de endurecimento, enquanto, por outro lado, a síntese da zeólita está relacionada à pré nucleação, nucleação e crescimento do cristal. Além disso, os geopolímeros geralmente se fixam em temperaturas mais baixas do que as exigidas para a fabricação de zeólitas (Davidovits, 1991).

Este mecanismo de formação dos sistemas geopoliméricos foi proposto anteriormente por Glukhosvky em 1959, e sua base é utilizada até hoje. Conforme apresentado anteriormente na Figura 2, pode-se verificar o mecanismo simplificado de geopolimerização proposto por Glukhosvky e posteriormente detalhado por Duxson e outros em 2007, que basicamente divide o processo em três etapas: destruição-coagulação; coagulação-condensação; condensação-cristalização (Duxson *et al.*, 2007).

Basicamente, a síntese do geopolímero é focada na capacidade do aluminossilicato sólido de ser dissolvido (parcial ou completamente) e polimerizar/policondensar em géis à base de sialato. O nome geopolímero deriva da polimerização de unidades/monômeros  $AlO_4$  e  $SiO_4$ .

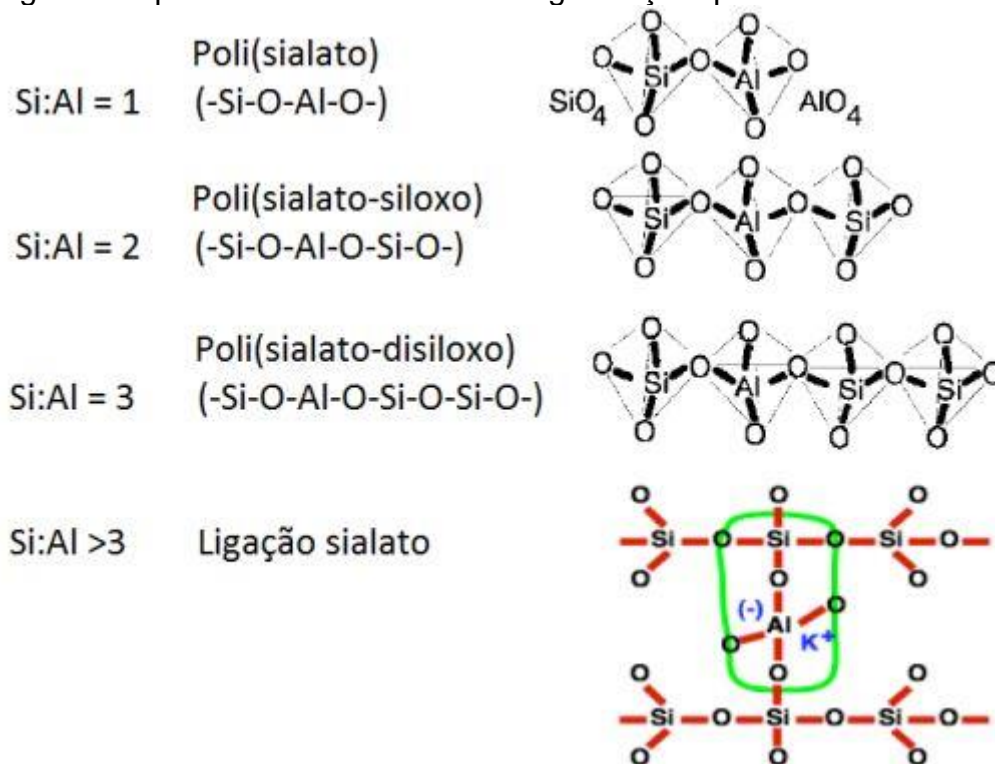
Do ponto de vista da reação química, quando um hidróxido alcalino, como hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH) é exposto ao compósito

de aluminossilicato, resulta na dissolução e hidrólise de alumínio e silício, como mostram as equações 1 e 2:



A estrutura dos geopolímeros pode ser categorizada, conforme ilustrado na Figura 3, com base nas relações Si/Al envolvidas no processo de geopolimerização em poli (sialato) (Si:Al = 1), poli (sialato-siloxo) (Si:Al = 2), poli (sialato-dissiloxo) (Si:Al = 3) e ligação sialato (Si:Al maior que 3) (Davidovits, 1991). O processo de geopolimerização envolve a dissolução de átomos de Al e Si de materiais de origem geológica utilizados em soluções aquosas alcalinas para produzir produtos de reação hidratados, produtos sólidos finais ou gel.

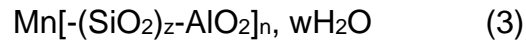
Figura 3. Tipos de sialatos conforme organização química



Fonte: (Davidovits, 1991), adaptador pelo autor.

Conforme Davidovits (1991, 1994), a rede de sialatos é composta de tetraedros de  $\text{SiO}_4$  e  $\text{AlO}_4$  ligados alternadamente compartilhando todos os oxigênios. Para balancear a carga negativa do  $\text{Al}^{3+}$  em coordenação IV, devem estar presentes

nas cavidades da estrutura íons positivos do tipo  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ , entre outros. A fórmula empírica geral é a seguinte:



Onde:

M = cátion de metal alcalino como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , etc.

n = grau de polimerização

z = 1, 2 ou 3

w = grau de hidratação

Segundo Provis *et al.* (2015), a etapa de dissolução depende de alguns fatores que gerarão o equilíbrio do sistema e proporcionarão a continuidade das reações: a concentração alcalina; o cátion metálico alcalino usado na solução ativadora; a velocidade de mistura; o tamanho da partícula; o tempo de dissolução; área específica superficial e a composição das fontes de Al-Si.

### 2.2.1 Química dos geopolímeros

Devido à importância da química do sistema, assim como as condições de cura, surgem alguns parâmetros que são determinantes na formação de um material de qualidade. Entre os principais estão as relações entre os óxidos, sendo estas representadas sempre na forma molar. Entre as mais importantes destaca-se a relação molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , que relaciona os dois principais óxidos dos precursores, podendo ser acrescentado ao cálculo o  $\text{SiO}_2$  proveniente do ativador. Também a relação  $\text{M}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  (sendo M referente ao álcali utilizado como ativador) e  $\text{M}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ , que relacionam a parcela de álcali aos precursores.

Segundo Davitovits (1991) certos limites de síntese são necessários para a formação de produtos resistentes, composições satisfatórias estão no intervalo:

- $\text{M}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ : 0,2 a 0,48;
- $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ : 3,3 a 4,5;
- $\text{H}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ : 10-25; e
- $\text{M}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ : 0,8 a 1,6.

Outra relação importante é a  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ , uma vez que o grau de polimerização está conectado com a mesma, podendo estes materiais serem provenientes do precursor como em alguns casos do ativador (Fernández-Jiménez, Palomo e Criado, 2005). Avaliando a relação  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ , somente do ativador alcalino com adição de sílica solúvel para ativação de cinza volante, observaram a formação de geopolímeros a partir da variação da relação entre 0,19 e 1,17.

Outro ponto importante está relacionado à composição dos óxidos. Reddy et al. (2016) investigaram a composição de óxidos de diversos materiais formadores de concretos geopoliméricos associando a resistência à compressão. A partir do estudo, verificaram uma influência significativa na resistência à compressão do concreto geopolimérico. Justificando assim o cuidado especial na escolha do material de origem a ser utilizado para fazer o concreto geopolimérico. Como  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  são os dois principais óxidos que governam a formação da rede geopolimérica e, por sua vez, a resistência à compressão final, é importante conhecer seu intervalo típico no material de origem, tal intervalo é apresentado na Tabela 1. Caso as matérias primas não estejam neste intervalo, o ideal será equacionar a formulação dos demais constituintes para que as relações molares se aproximem destes intervalos.

Tabela 1. Intervalo para teores de óxidos dos materiais precursores

Óxidos	Teor (%)
$\text{SiO}_2$	45-55
$\text{Al}_2\text{O}_3$	22-28
$\text{CaO}$ e $\text{Fe}_2\text{O}_3$	15-20

Fonte: (Reddy, Dinakar e Rao, 2016)

Porém, além da resistência mecânica do sistema, outros fatores como durabilidade e eflorescência dependem da composição química. A eflorescência resulta da lixiviação de álcalis livres presentes na estrutura dos poros quando em contato com a água. Esses álcalis lixiviados então reagem com o ácido carbônico (formado pela dissolução do dióxido de carbono atmosférico), formando sais alcalinos que cristalizam na superfície do geopolímero (Longhi et al., 2020; Zhang et al., 2014). Cristais de sal alcalino também podem se formar dentro da rede de poros abaixo da superfície devido à difusão de íons de  $\text{CO}_3^{2-}$  dissolvidos, um fenômeno denominado como sub eflorescência (Zhang et al., 2018).

Eflorescência também é um fenômeno comum em cimento Portland, no entanto, as concentrações mais elevadas de álcalis nos cimentos geopoliméricos (cujo excesso pode não estar quimicamente ligado na estrutura do gel) os tornam particularmente suscetíveis a esse fenômeno (Longhi *et al.*, 2020). Ainda segundo Najafi, Allahverdi e Provis (2012), o movimento dos álcalis livres na solução dos poros (resultante do excesso, álcalis fracamente ligados ou não reagidos) e a extração desses álcalis durante a lixiviação é influenciada pela estrutura dos poros, onde uma rede de poros mais densa e tortuosa impede o movimento dos cátions alcalinos.

Os geopolímeros contêm uma rede de aluminossilicato tridimensional compreendendo tetraedros de  $\text{SiO}_4$  e  $\text{AlO}_4$ . A carga negativa decorrente da substituição de  $\text{Al}^{3+}$  por  $\text{Si}^{4+}$  na coordenação tetraédrica é compensada por um cátion alcalino (comumente  $\text{Na}^+$  ou  $\text{K}^+$  do ativador) (Duxson *et al.*, 2007). Por isso que o conteúdo máximo de  $\text{Na}^+$  ligado à estrutura do gel é definido pela razão molar  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}$  próxima de um. O sódio também pode estar parcialmente associado na forma de  $\text{Na}(\text{H}_2\text{O})_n^+$  com  $\text{Na}^+$  em uma ligação de hidrogênio e associada a uma estrutura de ligações de oxigênio. Excesso de íons alcalinos estão presentes na solução de poros e não são quimicamente ligados como consequência de uma alta dosagem no ativador e/ou presença de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  não solúvel. A quantidade de gel geopolimérico formado, sua estrutura, tortuosidade da rede de poros e a consequente suscetibilidade do cimento geopolimérico à lixiviação alcalina também depende do grau de reatividade do precursor, condições de cura (temperatura, tempo e umidade) e da quantidade de álcalis e silicato solúvel no ativador.

Neste contexto o metacaulim derivado de argilas cauliníticas de alta pureza exhibe uma razão Si/Al próxima a 1, alta pureza e reatividade, e fornece um precursor confiável e reprodutível para a produção de geopolímeros de alta pureza.

### 2.3 GEOPOLÍMEROS POROSOS

Os geopolímeros foram inicialmente concebidos para aplicações de resistência ao fogo. No entanto, desde o início da década de 1980, esses materiais têm sido considerados principalmente como uma alternativa ao cimento Portland comum, principalmente devido a sua baixa geração de  $\text{CO}_2$ , mas também pelas suas vantagens de desempenho (por exemplo, resistência à compressão inicial; maior

resistência química e ao calor) (Duxson *et al.*, 2007). No entanto, e apesar dos enormes esforços, o potencial total dos geopolímeros ainda não foi totalmente explorado, o que é atribuído a barreiras legislativas, sociais e técnicas (Deventer, Van, Provis e Duxson, 2012). Um dos motivos principais para promoção no uso de geopolímeros é estender sua faixa de aplicação para áreas onde o cimento Portland não atende aos requisitos.

Nos últimos anos foram desenvolvidos geopolímeros porosos, intencionalmente projetados para conter poros, para aplicações de alto valor agregado, como isolamento térmico e acústico, resistência ao fogo, adsorventes e reguladores de pH (Novais, Pullar, R. C. e Labrincha, 2020).

Como foi visto anteriormente na Figura 1, no ano de 2022 foram publicados quase 1000 artigos relacionados a geopolímeros leves, sendo uma boa parte deles relacionados a espumas e membranas geopoliméricas para fins de adsorção e tamponamento. Porém, pode-se perceber como este nicho de aplicação tem atraído uma grande quantidade de pesquisadores para esta área.

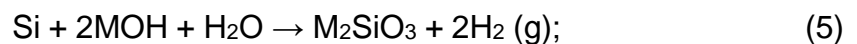
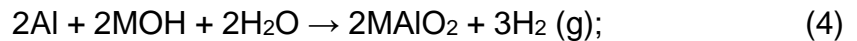
O método mais comum para fabricação de geopolímero leve é pela incorporação de um agente formador de poros (por exemplo, peróxido de hidrogênio e pós metálicos finos) na pasta geopolimérica, geralmente conhecido como técnica de formação de espuma química (Bai e Colombo, 2018). Essa estratégia aproveita as reações *in situ* do agente espumante no meio alcalino, inerentes à ativação alcalina de precursores de aluminossilicato. Este processo gera bolhas de gás que ficam presas dentro da pasta durante a pega, levando à produção de vazios no corpo endurecido.

O método de espumação direta é a técnica mais utilizada para a produção de geopolímeros porosos, principalmente espumas de geopolímeros, via processamento em suspensão ou sistema líquido, sem sinterização. No método de formação de espuma direta, as espumas no geopolímero no estado fresco são produzidas pela incorporação de ar ou gás em uma pasta homogênea, que é subsequentemente endurecida por cura em certas temperaturas para obter corpos porosos consolidados. Durante a cura, as reações de geopolimerização não são interferidas pela presença do agente formador de poros, gerando uma rede inorgânica tridimensional contínua. A formação de espuma é um processo termodinamicamente instável, pois as bolhas de gás nas espumas úmidas provavelmente sofrerão

drenagem espontânea, amadurecimento de Ostwald contínuo e coalescência para minimizar a energia livre de Gibbs geral do sistema de ar/líquido/pasta (Bai e Colombo, 2018).

A geração de gás em um líquido homogêneo ou em uma pasta pode ser realizada adicionando agentes de expansão, que podem ser classificados como agentes de expansão químicos ou físicos. Os agentes de expansão químicos formam produtos gasosos (como O<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>) e outros subprodutos por decomposição térmica ou reações químicas.

Os agentes de expansão químicos mais usados para a fabricação de geopolímero poroso são pós de metal, como alumínio (Sanjayan *et al.*, 2015), pó de silício (Medri *et al.*, 2013) ou compostos contendo Si, como sílica ativa, SiC, liga de ferro-silício (Lassinantti Gualtieri, Cavallini e Romagnoli, 2016), ou peróxido de hidrogénio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) (Alves *et al.*, 2023; Feng *et al.*, 2015; Novais *et al.*, 2016), NaOCl e perborato de sódio (Abdollahnejad *et al.*, 2015). As reações que levam à liberação de gás em soluções alcalinas (aqui, M = K ou Na) são mostradas nas equações 4 a 8:



Devido à instabilidade das espumas úmidas, poros grandes (centenas de micrometros) e uma ampla gama de tamanhos de poros estão tipicamente presentes no corpo de geopolímero poroso final. Para evitar esse fenômeno, a abordagem mais utilizada está na adição de agentes estabilizadores (como surfactantes, partículas, fibras) à suspensão ou ao meio líquido.

### 2.3.1 Agentes estabilizadores de bolhas

Alguns pesquisadores utilizaram agentes estabilizadores, como surfactantes (Bai *et al.*, 2017; Senff *et al.*, 2020), que podem ser adicionados à pasta, diminuindo a tensão superficial do sistema de ar/pasta e estabilizam a espuma úmida,

reduzindo então o efeito da coalescência de bolhas. Além disso, sua presença permite um melhor controle do tamanho das células e da distribuição de tamanhos e da proporção entre células abertas e fechadas. Geralmente os surfactantes mais utilizados são os não iônicos (Triton X100, Tween 80), aniônicos (dodecil sulfato de sódio, sabão), catiônico, proteico (vegetal ou animal). Suas características influenciam a morfologia e a arquitetura dos poros das espumas.

Outro modo utilizado para controlar/aumentar a porosidade é a elevação da temperatura de cura (50-80 °C) nas primeiras 24 horas, fato que segundo Feng *et al.* (2015), facilita na liberação dos gases e coalescência na formação das bolhas. Porém enfatiza que a estrutura dos poros e as propriedades correspondentes dos geopolímeros porosos não são determinadas apenas pelo tipo e quantidade dos agentes de expansão, mas também são fortemente afetadas por parâmetros adicionais, tais como a viscosidade da pasta, a composição dos geopolímeros, a velocidade de mistura (para formação de espuma).

O esquema típico para formação dos geopolímeros porosos é apresentado na Figura 4.

Figura 4. Esquema típico para formação de espuma direta

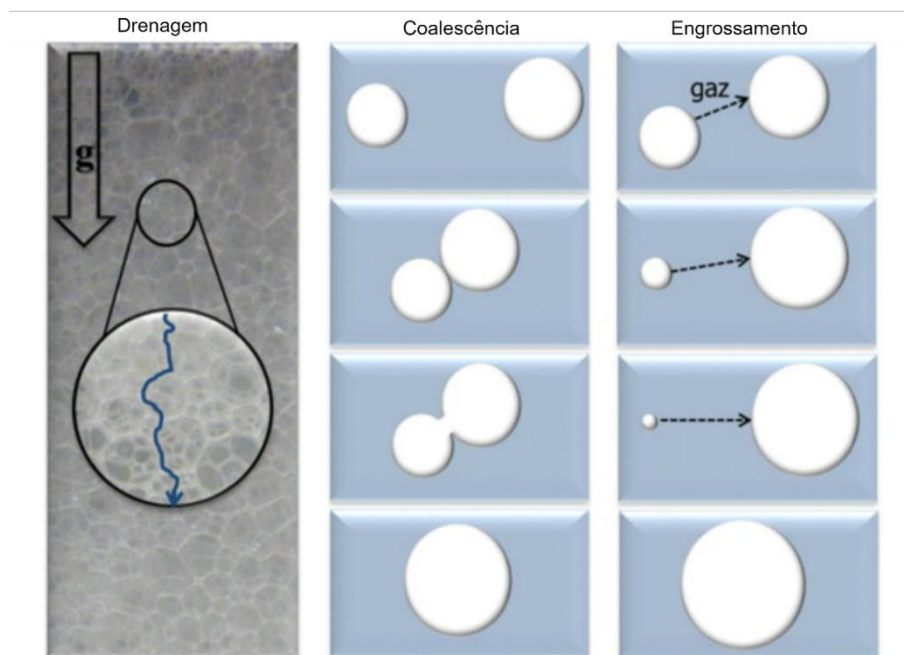


Fonte: adaptado de (Bai e Colombo, 2018)

Ainda sobre os mecanismos de formação de bolhas, segundo Fameou e Salonen (2014) as espumas são termodinamicamente instáveis e as bolhas podem expandir-se continuamente com o tempo, resultando em um colapso completo. Os três mecanismos de desestabilização conhecidos (ilustrados na Figura 5) são: (i)

coalescência, no qual bolhas adjacentes se fundem para minimizar a energia interfacial ar-líquido, levando à formação de grandes bolhas interconectadas, (ii) amadurecimento de Ostwald (desproporção ou engrossamento), a diferença de pressão entre as bolhas faz com que o gás se espalhe das bolhas menores para as bolhas maiores; portanto, as bolhas menores se dissolvem continuamente com o tempo enquanto as bolhas maiores crescem e (iii) drenagem, o líquido dentro da rede de fronteira do platô drena devido à gravidade, e a espuma se separa em uma camada de líquido a granel no fundo e uma espuma seca no topo. Em geopolímeros porosos também foram observadas instabilidades semelhantes, coalescência e amadurecimento foram amplamente observados no passado em dosagens mais altas de agente espumante (Feng *et al.*, 2015; Gao *et al.*, 2020), e assentamento (desespumação) devido à drenagem também foi observado em alguns casos (Dhasindrakrishna *et al.*, 2020; Kaddami e Pitois, 2019)

Figura 5. Mecanismos de desestabilização de espuma



Fonte: (Fameau e Salonen, 2014), adaptador pelo autor

Pensando em melhorar a estabilização nas espumas geopoliméricas, Petlitckaia e Poulesquen (2019) analisaram diferentes tipos de tensoativos (não iônicos, catiônicos, aniônicos e incorporadores de ar) para otimizar a homogeneidade e a resistência mecânica da espuma de geopolímero à base de metacaulim e peróxido

de hidrogênio. Os surfactantes não iônicos (Pluronic L35, Tween 80, Triton X100) produziram espumas fracas (baixa resistência à compressão) e insuficientemente homogêneas. As espumas produzidas com o surfactante aniônico SDS eram homogêneas, com redes macroporosas abertas, porém frágeis e com baixa resistência mecânica. Os surfactantes que apresentaram melhor desempenho foram um tipo comercial incorporador de ar Sika® AER5 (densidade, 1,035 g/cm<sup>3</sup>, pH, 11 ± 1), que se comportou de forma semelhante ao SDS, e o surfactante catiônico brometo de cetiltrimetil amônio (CTAB: CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>15</sub>N(Br)(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), que produziu amostras mais resistentes.

Segundo Petlitckaia e Poulesquen (2019), é conhecido que o nível de expansão de volume, a fração de volume do gás gerado e o tamanho do poro são todos controlados pela concentração inicial de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> independentemente do surfactante usado. No entanto, a natureza do surfactante tem efeito drástico nas propriedades reológicas das pastas, levando a diferenças na morfologia e topologia das redes macroporosas nas espumas (Petlitckaia e Poulesquen, 2019).

Desta forma os resultados demonstram que as propriedades sólidas das espumas de geopolímero (porosidade, morfologia, topologia da rede macroporosa e a resistência mecânica resultante) podem ser ajustadas escolhendo sabiamente sua formulação, em particular a natureza química do surfactante, que por governar as interações das partículas, a coalescência e a tensão superficial na pasta podem induzir mudanças marcantes em suas propriedades reológicas.

Vale destacar que os surfactantes não iônicos, como Triton X-100 em combinação com surfactantes iônicos, já apresentam melhor capacidade de espuma (Klima *et al.*, 2022). Apesar de suas notáveis características de formação de espuma, o sistema baseado exclusivamente no Triton X-100 não iônico apresenta problemas em relação à durabilidade da espuma. Um problema semelhante com a estabilidade da espuma foi observado com o uso de surfactante Dodecil Sulfato de Sódio (SDS) aniônico, que é um surfactante bem conhecido aplicado em geopolímeros. O SDS pode ser usado tanto como agente estabilizador quanto como agente espumante, no entanto, usar apenas SDS como agente espumante resulta em uma espuma instável, apesar de sua forte capacidade de formação de espuma (Klima *et al.*, 2022). A associação do SDS com dodecanoato de sódio (SDoD) também já foi discutida anteriormente por (Dal-Bó *et al.*, 2011), e foi verificado que essa mistura binária atua

de forma cooperativa na tensão superficial do sistema e que trabalhando dentro da concentração micelar crítica pode ser até usada em conjunto com polímeros.

No entanto, sabe-se que o uso de surfactantes catiônicos, como o brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB), em espumas gera baixa capacidade de espuma, porém estabilidade a longo prazo, ainda mais do que surfactantes não iônicos (Petlitzkaia e Poulesquen, 2019). Assim, a utilização de surfactantes é potencialmente uma técnica promissora empregada na fabricação de geopolímeros espumados. No entanto, um problema é a sua insuficiente eficiência de formação de macro bolhas ou instabilidade da espuma. Além disso, outra desvantagem é que uma quantidade relativamente grande de surfactante tem que ser adicionada para obter material altamente poroso sem proporcionar boa conectividade de poros.

### **2.3.2 Peróxido de Hidrogênio como agente de expansão**

Além dos outros métodos citados anteriormente para formação de bolhas, que devido as suas particularidades e limitações ainda são pouco trabalhados, o uso de  $H_2O_2$  é um método simples e sua reação química pouco interfere nos mecanismos de geopolimerização.

Segundo Peter Atkins et al. (2018), o peróxido de hidrogênio sofre uma decomposição bem lenta em condições ambientes, formando o gás oxigênio e a água, porém alguns elementos químicos podem acelerar esta reação funcionando como catalisadores. A reação que ocorre na presença de um catalisador é chamada de catálise. Nas equações químicas que representam essas reações, o catalisador é indicado por uma seta, tendo em vista que ele não participa nem como reagente nem como produto. Alguns elementos presentes na composição dos geopolímeros como o  $Al_2O_3$ ,  $K_2O$ , Fe entre outros funcionam como catalisadores do  $H_2O_2$  e com isso a formação de bolhas nos geopolímeros acontece logo nos primeiros minutos da cura.

Alguns fatores como a concentração do peróxido de hidrogênio, teor de água na mistura, natureza do aglutinante, temperatura de cura, composição da mistura foram estudadas nos últimos anos nos geopolímeros porosos, e em geral estes estudos mostram uma diminuição na densidade e conseqüentemente diminuição da resistência mecânica (Novais, Pullar, Robert. C. e Labrincha, 2020).

Esta diminuição no desempenho mecânico e na densidade dos geopolímeros ocorre quando a concentração do agente espumante aumenta, enquanto a porosidade segue a tendência oposta. Segundo (Masi *et al.*, 2014), quando o percentual do agente espumante excede um certo limite, dependendo de vários fatores, ocorre a coalescência dos poros e eventualmente colapso da estrutura. Este fenômeno pode ser evitado ou, pelo menos, atenuado se um surfactante for usado para estabilizar a interface líquido-gás. Os surfactantes são muito importantes, pois garantem uma distribuição de tamanho de poro mais homogênea em comparação com o uso único de agentes espumantes (Zhang e Wang, 2016).

Vaou e Panias (2010) incorporaram H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> em geopolímero à base de perlita fina, variando as concentrações de uma solução de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a 30% de 0,6 a 2,9%. Seus resultados a 2% de adição de peróxido de hidrogênio levaram a uma condutividade térmica de 0,03 W/m.k, e desta forma os autores compararam estes dados com os demais isolantes térmicos comercializados no mercado, como a fibra de vidro, lã de rocha, XPS (poliestireno extrudado), EPS (poliestireno expandido), conforme Tabela 2, mostrando a eficácia do peróxido para formação de espuma geopolimérica.

Tabela 2. Comparativo entre geopolímero + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> x isolantes térmicos

Material	Fibra de Vidro	Lã de Rocha	XPS	EPS	Geopolímero de Perlita
Densidade aparente (kg/m <sup>3</sup> )	13-100	30-180	20-80	18-50	290
Condutividade térmica (W/m.K)	0,03-0,045	0,03-0,045	0,025-0,035	0,029-0,041	0,03
Temperatura máxima (°C)	500	750	75	80	700
Classe de resistência ao fogo	A1-A2	A1-A2	B1-B2	B1-B2	A1
RC até 10% de deformação (KPa)	16	0,01-69	100-700	70-450	780

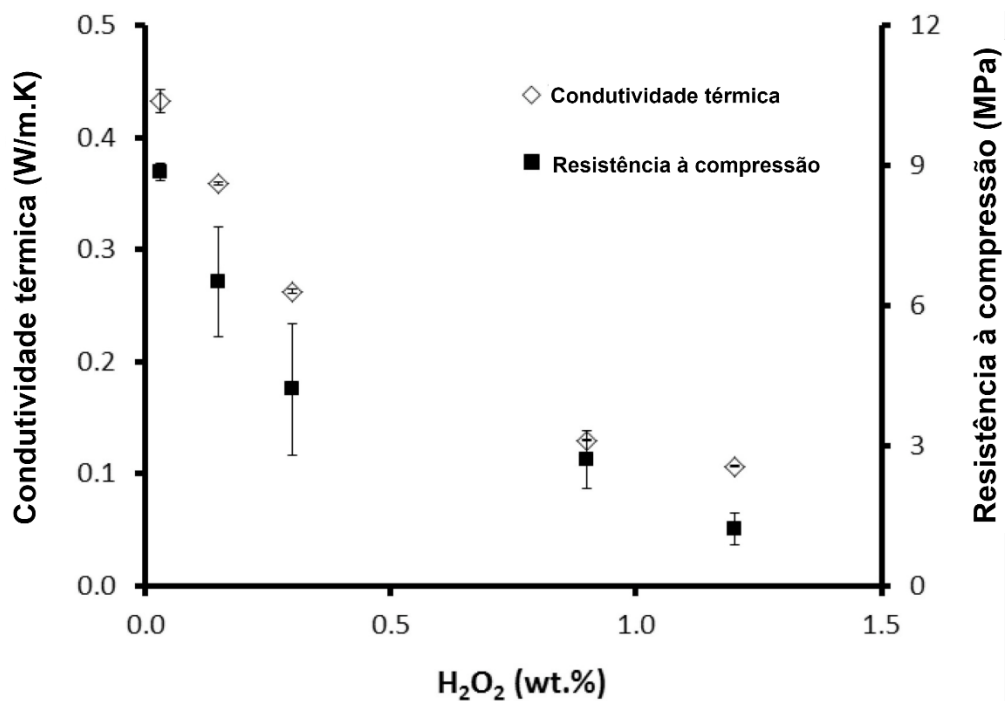
Fonte: (Vaou e Panias, 2010), adaptador pelo autor

Já Feng *et al.* (2015) utilizaram cinza volante como material precursor e variaram a concentração de silicato de sódio e peróxido de hidrogênio para pasta, após vários testes chegaram em uma configuração ideal, utilizando 100 g de cinza volante, 80 g de silicato de sódio e 6 g de peróxido de hidrogênio, curados a 55 °C. Nestas condições houve porosidade de 79,9%, condutividade térmica de 0,08 W/m.K, porém obtiveram resistência à compressão baixa, na ordem de 1 MPa.

Da mesma forma, Novais *et al.* (2016) utilizaram uma mistura de 1/3 de cinza volante com 2/3 de metacaulim como material precursor, como ativador alcalino

utilizaram silicato de sódio e hidróxido de sódio formando as seguintes relações molares  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3.1$ ,  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2.0$  e  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0.6$ , variando a concentração de peróxido de hidrogênio entre 0.03, 0.15, 0.30, 0.90 e 1.2%. Os autores observaram que para concentração de 1,2% de  $\text{H}_2\text{O}_2$  o geopolímero atingiu uma condutividade térmica de 0,107 W/m.K e resistência à compressão de 1,23 MPa, conforme gráfico ilustrado na Figura 6.

Figura 6. Relação entre a condutividade e resistência à compressão segundo Novais *et. al.* (2016)



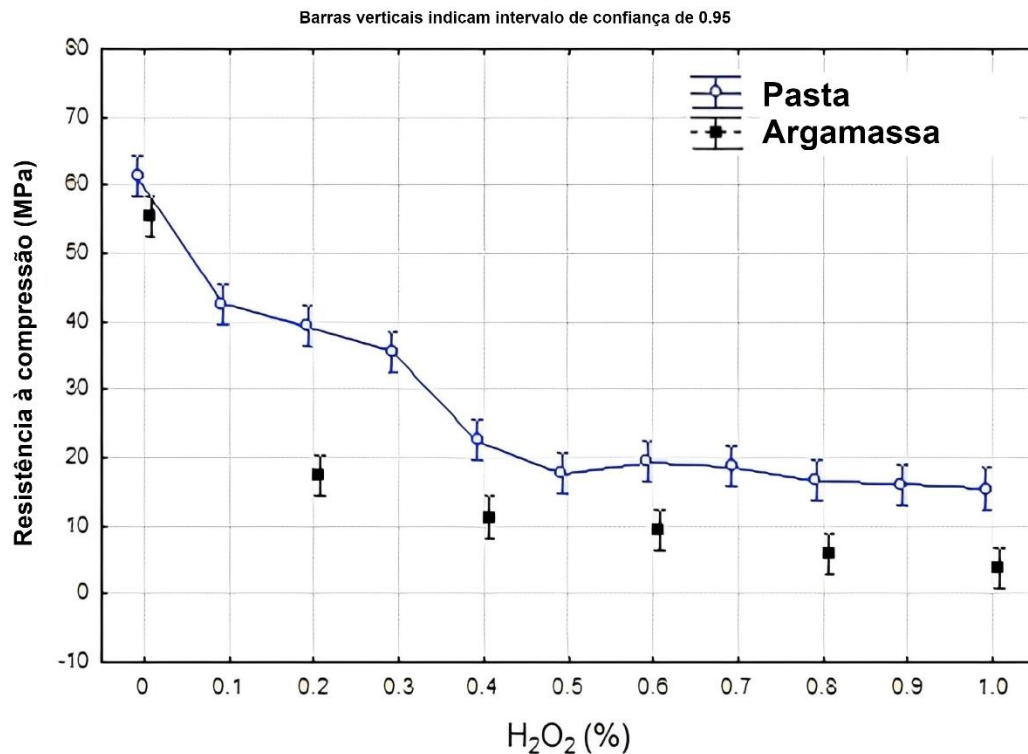
Fonte: (Novais *et al.*, 2016), adaptador pelo autor

Ainda neste contexto, Novais *et al.* (2016) ainda fizeram uma comparação de custos do material obtido com outros materiais utilizados como isolantes térmicos, perdendo apenas em custo para lã de vidro, que apesar de ter uma condutividade térmica semelhante possui uma resistência mecânica inferior ao geopolímero desenvolvido.

Visando aplicar o conceito de geopolímero poroso em argamassa geopolimérica, Alves *et al.* (2023) fizeram ajustes na composição de pastas e argamassas geopoliméricas à base de metacaulim, e variaram o percentual de peróxido de hidrogênio até 1,0%, com uma composição com 44,6% de metacaulim, 49,5% de silicato de sódio e 5,9% de hidróxido de sódio. Obtiveram os melhores

resultados em termos de porosidade  $\times$  resistência mecânica com 0,6% de peróxido de hidrogênio. Com esta composição foi possível obter 16 MPa de resistência à compressão em pasta e 10 MPa em argamassa, conforme Figura 7.

Figura 7. Resistência à compressão de pasta/argamassa em função do teor de  $H_2O_2$



Fonte: (Alves *et al.*, 2023), adaptador pelo autor.

A resistência à flexão nos geopolímeros porosos ainda precisa ser melhorada. Com o incremento da porosidade no material, uma redução drástica na resistência à flexão é relatada por diversos autores (Alves *et al.*, 2023; Dembovska *et al.*, 2017; Senff *et al.*, 2020). Para uma pequena adição de 0,2% de peróxido de hidrogênio, Alves *et al.* (2023) relataram um decréscimo de 3,96 MPa para 1,0 MPa. Ainda segundo os autores, esta resistência à flexão nas amostras sem peróxido de hidrogênio é considerada alta quando comparada a trabalhos similares, porém este decréscimo e a baixa resistência mecânica é consensual em diversos trabalhos. A porosidade apresentou maior correlação estatística para explicar este decréscimo na resistência do que a morfologia dos poros, ou seja, mesmo com baixo teor de agente de expansão já é observada uma maior fragilidade no material. Para atenuar este

resultado os autores sugerem uma alteração na formulação da matriz geopolimérica ou incremento de possível agente de reforço.

## 2.4 GEOPOLÍMEROS COM ADIÇÃO DE FIBRAS

Materiais geopoliméricos, assim como materiais cimentícios, exibem um comportamento quase frágil, ou seja, fraturam abruptamente sob carga de tração ou flexão, o que limita suas aplicações no ramo de engenharia e afeta sua durabilidade (Moujoud *et al.*, 2023). Microfissuras internas são encontradas em amostras de geopolímeros, e sua baixa resistência à tração é devida à propagação dessas microfissuras, possivelmente resultando em uma falha frágil das matrizes geopoliméricas (Abbas *et al.*, 2022). Conseqüentemente, o aumento das propriedades mecânicas como a tenacidade, a resistência à tração e à flexão do geopolímero pode resultar num aumento substancial na sua utilização na indústria da construção. Há duas abordagens mais utilizadas para conseguir isso: uma é usar fibras como reforço e a outra é incorporar nanopartículas à mistura de geopolímeros para melhorar as propriedades físicas da matriz. O reforço pode ser de fibra contínua ou curta. Considerando a eficiência de custos, facilidade de manuseio e fabricação, as fibras curtas são mais favoráveis para aplicações de engenharia civil (Natali, Manzi e Bignozzi, 2011).

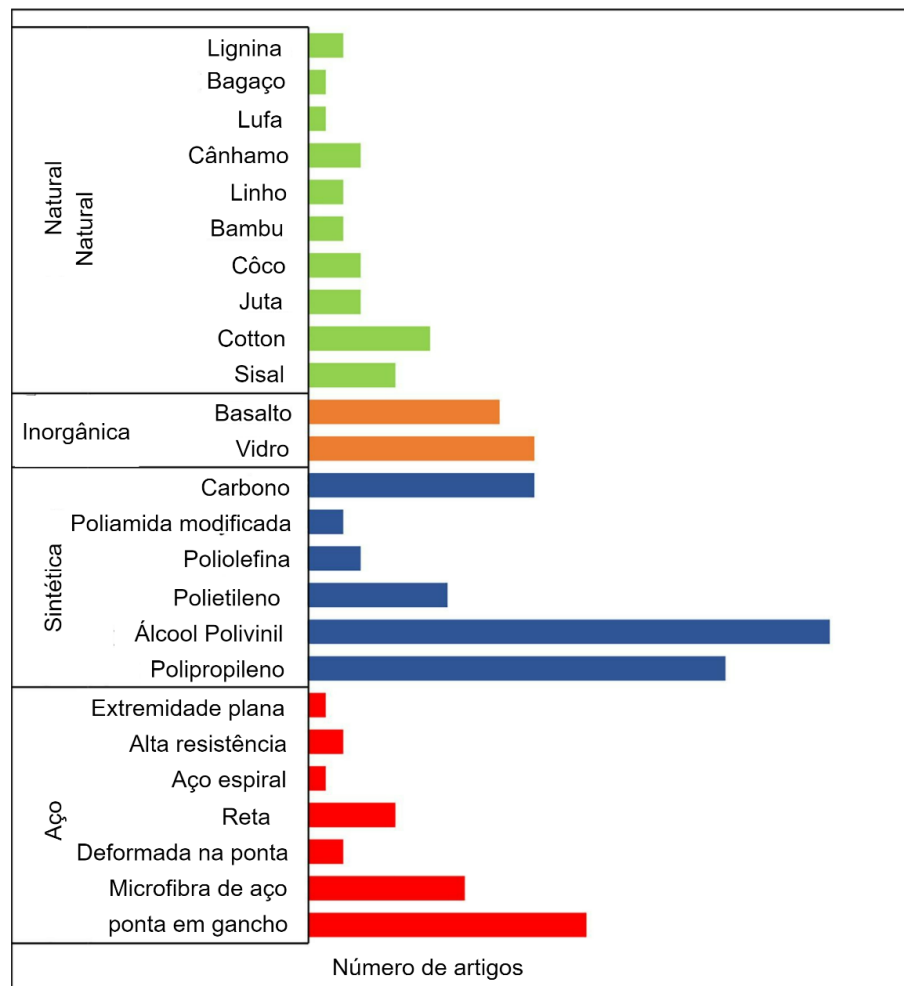
Conforme já citado, para atenuar esta limitação mecânica, fibras têm sido adicionadas aos geopolímeros para melhorar o desempenho geral dos compósitos geopoliméricos reforçados. Diferentes tipos de fibras de reforço já foram incorporados em ligantes geopoliméricos, como fibras de aço, fibras de carbono, fibras sintéticas, etc. (Aisheh *et al.*, 2022). A Figura 8 mostra o número de publicações sobre geopolímeros compósitos com fibras.

De acordo com Löfgren (2005), há vários efeitos positivos associados à adição de fibras no concreto e na argamassa: o ganho de tenacidade; o aumento da resistência à ruptura estática, à fadiga dinâmica e ao impacto; a melhora do comportamento à tração; a redução das deformações de sollicitação; e o controle de fissuras, no tocante ao número e à velocidade de propagação. Esses efeitos contribuem, conjuntamente, com o aumento da durabilidade da estrutura, pois a presença das fibras colabora com a diminuição das aberturas das fissuras, bem como

ajuda a controlar e retardar sua propagação, permitindo que caso ocorra fissuração seja de maneira estável.

Porém o uso de fibras para aumentar a resistência mecânica dos compósitos frágeis remonta a milhares de anos. Por exemplo, no início do século passado era adicionado cabelo de cauda de cavalo para reforçar a argamassa e o gesso. Com o tempo e os avanços tecnológicos, foram sendo investigados, descobertos e/ou desenvolvidos diferentes tipos de fibras, com características que as tornavam mais adequadas para incorporação ao concreto, o que vem permitindo a geração de compósitos com propriedades cada vez melhores, e com desempenho muito superior ao tradicional, em alguns aspectos.

Figura 8. Artigos publicados até 2022 referentes a compósitos geopoliméricos



Fonte: (Abbas *et al.*, 2022), adaptador pelo autor.

Embora consideráveis desenvolvimentos tenham sido feitos nos concretos de geopolímero nos últimos anos, um outro campo em destaque são os compósitos

geopoliméricos reforçados com fibra (CGRF), sendo que o principal objetivo da incorporação de fibras em argamassa de cimento ou concreto é aumentar sua resistência à flexão e tração e alterar o modo de ruptura frágil para dúctil (Bernal *et al.*, 2010). Assim como no compósito de fibra à base de cimento, a resistência à tração e flexão dos compósitos de geopolímero reforçado com fibra também é aumentada devido à adição de fibras (ABBAS *et al.*, 2022).

A aplicação de diferentes tipos e geometrias de fibras nos produtos cimentícios, comumente conhecida como "Concreto reforçado com fibras" (CRF), demonstrou controlar efetivamente a propagação de trincas e melhorar as propriedades físicas e mecânicas do compósito de concreto em várias aplicações estruturais, por exemplo, resistência à tração e flexão, resistência ao impacto, temperaturas extremas, efeitos sísmicos, etc. (Asrani *et al.*, 2019).

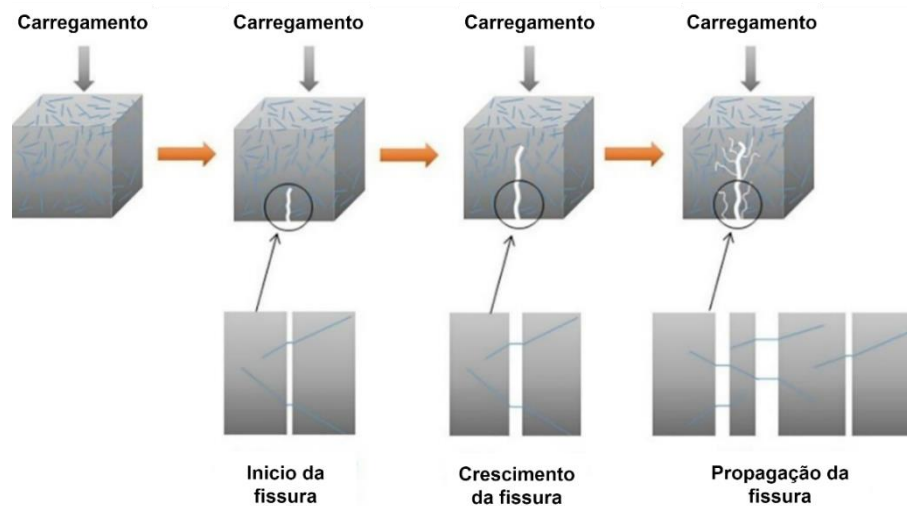
Segundo Asrani *et al.* (2019) a adição de fibras é uma solução promissora para contornar as deficiências dos geopolímeros densos. Ao contrário do concreto geopolimérico convencional, que tem uma única grande fissura se propagando rapidamente, causando uma perda rápida na capacidade de carga, o concreto fibroso geopolimérico exibe aumento significativo no desempenho pós-pico, tenacidade e resistência ao impacto. As fibras distribuídas entre a matriz irão acoplar fissuras, reduzindo sua espessura e, portanto, sua tendência a se propagar. Pesquisas precedentes estão disponíveis sobre o comportamento mecânico do CGRF feito com monofibras distintas (Korniejenko *et al.*, 2016; Nematollahi, Sanjayan e Shaikh, 2016).

Este fenômeno pode ser melhor observado na Figura 9, que mostra o mecanismo de ponte de fibras em compósitos geopoliméricos. As fibras de reforço podem servir como pontes que cruzam as microfissuras causadas pelo estresse e evitam que elas se propaguem na matriz geopolimérica. De acordo com a sua forma e quantidade, as fibras carregam parte da tensão que existe na matriz e transferem a outra parte para as regiões não fissuradas da amostra, permitindo múltiplas fissuras da amostra. (Yan *et al.*, 2020) observaram que as trincas desviam e param ao longo da fibra no compósito geopolimérico após a aplicação da carga.

Tentado dividir as fibras em subcategorias, considerando os diferentes impactos em termos de reforço de matrizes cimentícias, é possível, por exemplo, encontrar na literatura mais recente referências feitas a termos como macrofibra e microfibra, usados para tentar diferenciar as fibras maiores e mais resistentes, que

atuam primariamente na pós-fissuração da matriz, das fibras menores e mais disseminadas, que atuam principalmente no retardo da fissuração.

Figura 9. Esquema de mecanismo de ponte de fibras em compósitos geopoliméricos



Fonte: (Abbas *et al.*, 2022), adaptador pelo autor.

Neste contexto pode-se classificar então as microfibras como: monofilamentos onde os fios são cortados em comprimento padrão, de baixo diâmetro (geralmente  $< 0,3$  mm) e se misturam facilmente no concreto. As microfibras não possuem função estrutural e trabalham a retração plástica no processo das primeiras idades do concreto (cura), reduzindo a propagação de fissuras. Já as macrofibras são: fibriladas, são malhas de finos filamentos de seção retangular, possuem telas que se abrem no decorrer da mistura com o compósito, agindo intertravadas no concreto.

Como vantagens, as microfibras reduzem as fissuras (trincas) causadas pela retração; têm maior resistência a impacto; aumentam a resistência ao fogo; e têm melhor resistência ao desgaste.

As vantagens das macrofibras são a eliminação de telas em aço; maior ductilidade do concreto; praticidade na mão de obra; e maior resistência mecânica do concreto e argamassa.

Ainda sobre os efeitos da incorporação de fibras, segundo Farhan, Johari e Demirboğa (2021), anterior ao aparecimento da primeira fissura em um compósito sem adição de fibras, a abertura gradual dessa trinca se dá de modo instável, originando o colapso da peça. De outro modo, o surgimento de fissuras em materiais

compósitos com fibras tende a ser retardado, acontecendo progressivamente, tanto em decorrência da retração, quanto da absorção de parte das solicitações pelas pontes de transferência constituídas pelas fibras, permitindo uma fissuração mais distribuída. Ou seja, a adição de fibras provoca a transferência de uma parcela da força atuante sobre o corpo, diminuindo o nível de tensão sobre os trechos mais solicitados deste. Esse mecanismo contribui para a redução do dano provocado por ocasionais defeitos microestruturais, como também aumenta a resistência mecânica do compósito.

Porém, para que o compósito apresente uma boa eficácia, assim como afirma (Farhan, Johari e Demirboğa, 2021), pode-se averiguar a eficiência do reforço das fibras na matriz cimentícia nos estágios pré- e pós-fissuração. Nestes estágios, é possível controlar o comportamento mecânico pela interação fibra-matriz, por meio da transferência de força da matriz para as fibras e de mecanismos de “costura” das fissuras, mediante níveis avançados de carregamento, o que denota a ação conjunta dos componentes.

Por outro lado, convém ressaltar que a interface fibra/matriz assume um papel tão importante quanto as propriedades e características dos materiais empregados.

É de conhecimento bastante difundido que o controle do comportamento teórico de um compósito deve partir das propriedades físicas das fibras e da matriz, bem como da força de aderência entre ambas. Porém, diante da expectativa de que fibras de maior desempenho tendem a produzir compósitos de maior desempenho, Frank (1979) afirma que a maioria das fibras é arrancada, o que aponta para a eficiência da aderência destas à matriz como fator crítico, em lugar da resistência das fibras aplicadas.

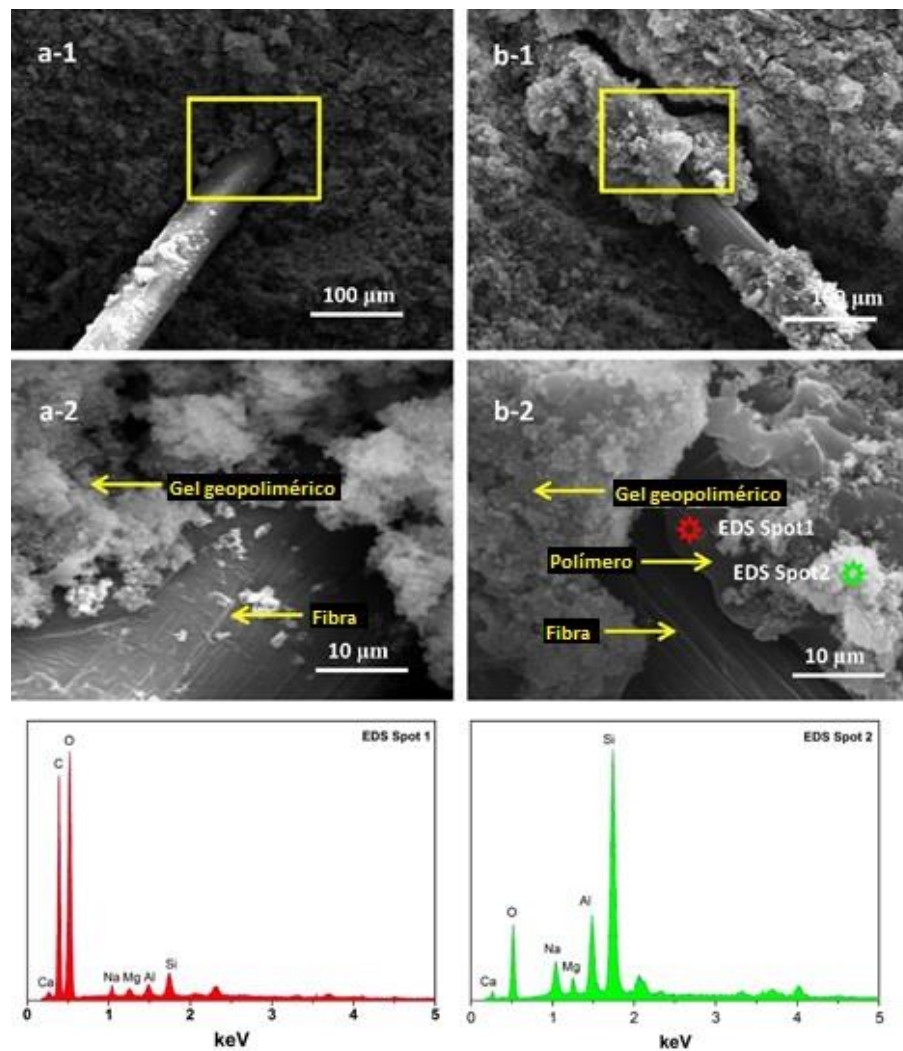
Como a aderência no compósito possa ser de natureza mecânica ou físico-química e, além disso, estar pautada nas características da interface entre eles, (Plueddemann, 1991) observa que a adesão na interface pode ser atribuída à atração física entre os átomos polares da matriz e da superfície inorgânica de algumas fibras. Também é importante levar em conta a possibilidade de que haja ligação química entre os componentes, dada a capacidade de um dos grupos da matriz de reagir com os grupos polares presentes nas fibras.

Desta forma, o desenvolvimento de tecnologias que visam a aderência da fibra à matriz tem sido estimulado pela constatação de que há um aprimoramento das propriedades mecânicas do compósito, devido à interação química entre as superfícies, o que propicia a transferência mais eficaz da matriz para o reforço das tensões mecânicas sofridas pelo material. É possível encontrar no mercado várias fibras pré-tratadas superficialmente com agentes de adesão específicos, voltados para a otimização da aderência do reforço à matriz e para a garantia de uma melhor transferência das tensões.

Dentre os diversos tipos de tratamentos, pode-se citar o químico (com substância oxidante), eletroquímico ou oxidação anódica, oxidação térmica e técnicas com plasma. Porém, devido aos tipos de fibras mais utilizados em concretos geopoliméricos, alguns autores têm optado por fibras preparadas especificamente para o meio altamente alcalino no concreto ou por aditivos que façam o molhamento da fibra, alterando a interface fibra matriz. CHEN *et al.* (2018) optaram pela utilização de microfibras de polipropileno (PPF) juntamente com emulsão poli acrílica (PPA) para melhorar a adesão das fibras, e uma imagem por microscopia eletrônica é mostrada na Figura 10. Segundo os autores, a adição combinada de 5% em massa de emulsão poli acrílica e 0,2% em volume de fibra de PP aumentou a resistência à flexão, a relação flexão/compressão e a tenacidade à flexão em 61,6%, 46,9% e 569,3%, respectivamente.

Pode-se verificar que existe uma camada de gel de polímero orgânico (EDS spot 1, o teor de carbono é muito alto nesta área, enquanto os teores de silício e alumínio são muito baixos) entre a fibra e a pasta de geopolímero (EDS spot 2, o conteúdo de silício e alumínio é muito alto nesta área, enquanto o conteúdo de carbono é muito baixo) na Figura 10b-2. Isso indica que o gel de geopolímero adere ao polímero orgânico primeiro, e depois à fibra em PF-MKG; no entanto, o gel de geopolímero apenas adere às fibras diretamente em F-MKG, assim como mostrado na Figura 10a-2.

Figura 10. Imagem por MEV/EDS de compósito geopolimérico com fibras de polipropileno com adição de emulsão poli acrílica.



Fonte: (Chen *et al.*, 2018), adaptador pelo autor.

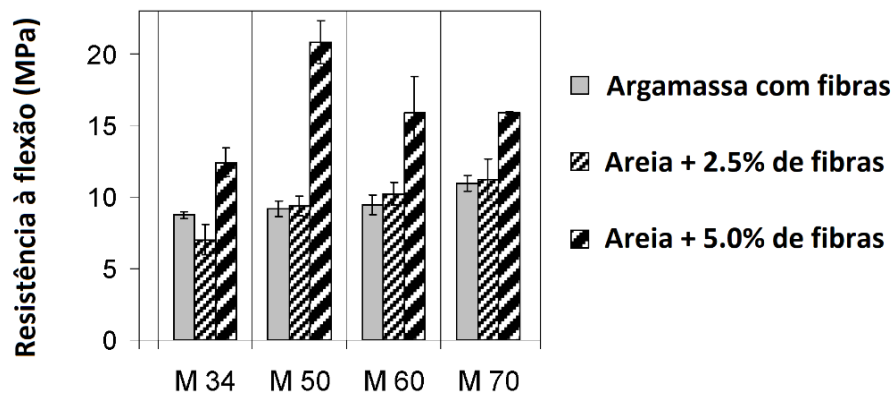
Já Alves et al. (2021) verificaram que a adição de emulsão poliacrílica alterou significativamente a morfologia dos poros, criando poros conectados em formas lamelares, reduzindo suas propriedades mecânicas, o que mostra que esta combinação não é adequada para materiais porosos.

Outro tipo de fibra que mostrou ter uma boa interação fibra/matriz foi a fibra de vidro resistente a álcalis (FV-AR), ela possui teor superior a 18% de zircônia ( $ZrO_2$ ) em sua composição, e é desenvolvida especialmente para resistir ao ataque do meio alcalino das matrizes de cimento.

Steinerova et al. (2017) utilizaram fibra de vidro AR em argamassas geopoliméricas à base de metacaulim, seus resultados indicaram que a adição de 5%

em massa de fibras teve maior sucesso com 50% em massa de areia. Neste intervalo houve um aumento na resistência à flexão um pouco acima de 100%, conforme ilustrado na Figura 11. Segundo os autores, quando a quantidade de agregados finos supera um limite (geralmente acima de 70%) não foi possível obter melhoria na resistência à flexão das argamassas.

Figura 11. Resistência à flexão em argamassa com Fibra de Vidro AR



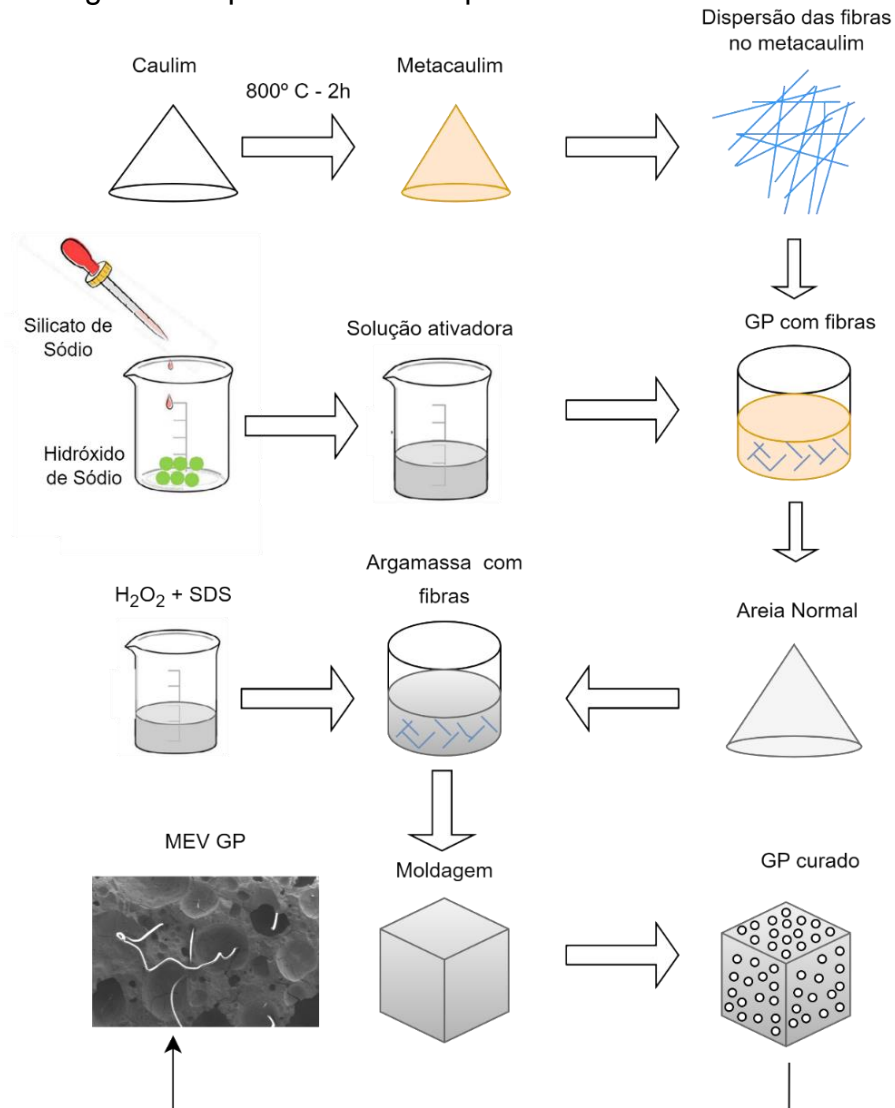
Fonte: (Steinerova *et al.*, 2017), adaptador pelo autor.

Como já citado anteriormente, levando em conta os poucos relatos de trabalhos que avaliaram a influência das fibras nos geopolímeros leves e a interferência desta combinação nas propriedades físicas e mecânicas, será demonstrado no próximo capítulo a matriz experimental que contextualiza os principais avanços da literatura com o que foi proposto para avançar ainda mais neste quesito deste produto com perspectiva de crescimento.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 12 descreve as etapas desenvolvidas no procedimento experimental do presente trabalho. Os ensaios de caracterização são descritos em sequência.

Figura 12. Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Autor (2023)

### 3.1 MATERIAIS

#### 3.1.1 Precursor

O caulim utilizado como fonte precursora para produção do metacaulim foi fornecido pela empresa Esmalglass Grupo Itaca do Brasil. Trata-se de um produto descrito como inerte, tendo como seu componente principal o silicato de alumínio hidratado. Apresenta as propriedades químicas descritas na Tabela 3.

A calcinação do caulim foi realizada à  $800^{\circ}\text{C}$  por duas horas, dando origem ao metacaulim, seguindo rampa de aquecimento conforme proposto por (Rashad,

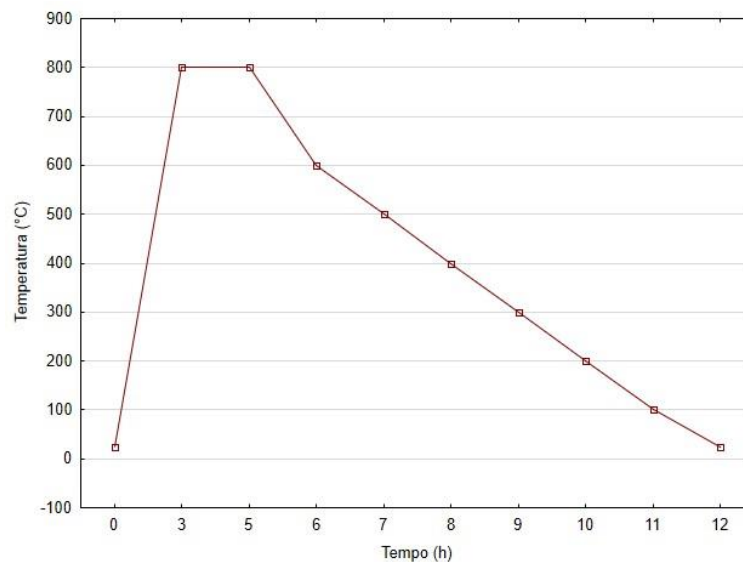
2013), mostrada na Figura 13. A calcinação foi realizada em forno na marca JUNG, com taxa de aquecimento de 4,3 °C/min.

Tabela 3. Composição química em massa (%) do precursor caulim Esmalglass

Elemento	Teor (%)
SiO <sub>2</sub>	46,70
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	39,10
K <sub>2</sub> O	0,36
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,34
Outros	0,10
Perda ao fogo	13,40

Fonte: Esmalglass (2020)

Figura 13. Calcinação do caulim



Fonte: adaptado de (Rashad, 2013)

### 3.1.2 Ativadores alcalinos

Nesta pesquisa foram utilizadas duas fontes de ativadores, compostos por hidróxido de sódio (NaOH) e silicato de sódio (Na<sub>2</sub>O.SiO<sub>3</sub>). O NaOH utilizado é disposto em formas de micro pérolas e com 98,6% de pureza, peso molecular 40 g/mol, densidade 2,13 g/cm<sup>3</sup>, sendo da empresa NEON Comercial Ltda. O silicato de sódio é da empresa Manchester Química do Brasil (MQB), cuja composição química é mostrada na Tabela 4. O silicato de sódio apresenta aspecto líquido viscoso, incolor, com densidade de 1,4 g/cm<sup>3</sup> e fórmula Na<sub>2</sub>O.3,3SiO<sub>2</sub>.nH<sub>2</sub>O.

Tabela 4. Composição química em massa (%) do silicato de sódio MQB

Elemento	Teor (%)
SiO <sub>2</sub>	29,0
Na <sub>2</sub> O	8,5
H <sub>2</sub> O	62,5

Fonte: MQB (2021)

### 3.1.3 Agente porogênico

Nesta pesquisa foi utilizado o peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) da marca Êxodo Científica com solução a 35% 130 volumes PA e utilizado como recebido.

O dodecil sulfato de sódio (SDS), um surfactante aniônico, foi adquirido da marca Sigma-Aldrich, peso molecular 288,38 g/mol, fórmula CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>OSO<sub>3</sub>Na. O mesmo foi solubilizado em água destilada por 12 horas com auxílio de agitador mecânico a uma solução de 2%. Este percentual de solução adotado foi determinado por ensaio prévio com base no cálculo da concentração micelar crítica (CMC) e também conforme resultados anteriores de (Dal-Bó *et al.*, 2011). A CMC estimada foi determinada pela equação 9, a CMC do SDS em água é tipicamente em torno de 8-10 mM (milimolar), ou seja, cerca de 0,008-0,01 M. Isso significa que a concentração da solução (0,086 M) está bem acima da CMC típica do SDS, o que indica que as micelas devem estar se formando na solução.

$$CMC = \frac{\frac{5 \text{ g (SDS)}}{288,38 \text{ g/mol}}}{0,245 \text{ g (H}_2\text{O)}} = 0,086 \text{ M} \quad (9)$$

### 3.1.4 Agregado

Como agregado na mistura foi utilizada areia normal brasileira com 96% de sílica, estabelecida na NBR 7214 (2015): Areia normal para ensaio de cimento. A produção e fornecimento deste material são atribuições do IPT (Instituto de Pesquisas Tecnológicas). Para preparação da argamassa foi feita uma mistura em proporções iguais das três frações granulométricas: média grossa 1,2-0,6 mm (#30), média fina 0,6-0,3 mm (#50) e fina 0,3-0,15 mm (#100).

### 3.1.5 Fibras

As fibras de polipropileno empregadas são fabricadas pela Bautech do Brasil LTDA, denominadas e comercializadas como fibras sintéticas de polipropileno, quimicamente inertes, estáveis e resistentes ao meio alcalino. As fibras são monofilamentos sintéticos obtidos por extrusão, comprimento de 12,0 mm, diâmetro equivalente de 35  $\mu\text{m}$ , alongamento de 25%, densidade 0,91  $\text{g}/\text{cm}^3$  e resistência à tração de 550-600 MPa (dados do fabricante).

A fibra de vidro utilizada foi a Fibralit CO da marca Concrefibra, álcali resistente e anticrak (fissuração), especialmente preparada para utilização em concretagem para retenção dos esforços mecânicos à retração durante a cura do concreto. Sua especificação técnica é apresentada na Tabela 5.

Tabela 5. Especificação da fibra de vidro

Material	Fibra de vidro álcali resistente
Cor	Incolor
Resistência à tração	1.698 MPa
Diâmetro	13 a 15 $\mu\text{m}$
Comprimento	12 mm
Densidade	2,68 $\text{g}/\text{cm}^3$
Módulo de elasticidade	72 GPa
Deformação na ruptura	2 – 3,5%
Resistência ao álcali	Alta
Absorção de água	Insignificante
Conformidade	ASTM C-1116

Fonte: Fibralit (2021)

## 3.2 SÍNTESE DOS GEOPOLÍMEROS

Nos próximos subitens, descreve-se o processo de produção laboratorial das argamassas geopoliméricas utilizando metacaulim, NaOH,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , SDS, agregado e fibras.

### 3.2.1 Dosagem

Utilizando a metodologia de delineamento experimental, elaborou-se um projeto fatorial completo, resultando em oito composições distintas e uma mistura de

referência, como complemento. Dessa forma, o modelo desenvolvido possui três fatores, utilizando dois níveis cada: Tipo de fibra: FP ou FV; teor de fibras: 1,5% e 3% em massa do teor de MK; e teor de surfactante: 0,2% e 0,8% em massa em relação ao percentual da argamassa geopolimérica. Foi adicionado um traço de referência sem adição de fibra e surfactante.

Portanto, para cada variável foram utilizados dois níveis e mais um ponto inicial, de referência, como pode ser observado na Tabela 6.

Tabela 6. Planejamento experimental

Amostra	Tipo de Fibra	% Fibra	% Surfactante
GPP-Ref	-	0	0
GPP-FV1502	Vidro	1,5	0,2
GPP-FV1508	Vidro	1,5	0,8
GPP-FV3002	Vidro	3	0,2
GPP-FV3008	Vidro	3	0,8
GPP-FP1502	PP	1,5	0,2
GPP-FP1508	PP	1,5	0,8
GPP-FP3002	PP	3	0,2
GPP-FP3008	PP	3	0,8

Fonte: Autor (2023)

O aditivo surfactante SDS (dodecil sulfato de sódio) foi adicionado à mistura com teor de 0,2% e 0,8% em massa da argamassa (MK, NaOH, Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> + agregado) para estabilização da espuma. O teor desse aditivo foi selecionado conforme trabalho anterior de (Klima *et al.*, 2022), (Korat e Ducman, 2017) e experimentos prévios.

O teor de fibra proposto foi adotado conforme trabalhos anteriores de (Alves *et al.*, 2021; Ranjbar *et al.*, 2016), que verificaram dificuldades no manuseio e mistura de pastas com teor de fibra de polipropileno acima de 3% em massa em relação ao teor de aglomerante.

O H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> foi adicionado com teor de 0,8% em massa total da argamassa, este percentual foi determinado em programa experimental anterior realizado por (Alves *et al.*, 2023).

### 3.2.2 Preparação das amostras

Após testes prévios, foram estipulados os seguintes procedimentos para preparar as amostras.

1. Utilizando uma balança com capela, com 0,001 g de exatidão, pesaram-se as quantidades especificadas dos materiais.

2. Com auxílio de um agitador magnético, dissolveu-se o hidróxido de sódio no silicato de sódio durante 3 minutos, obtendo uma solução homogênea de aspecto viscoso e transparente. Após mistura a solução ficou em repouso por 1 hora para resfriar até a temperatura ambiente ( $24 \pm 2$  °C). Com um termômetro digital, monitorou-se a temperatura da recém-formada solução alcalina de NaOH e Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.

3. As fibras de vidro e polipropileno foram separadas, pesadas e adicionadas ao metacaulim, misturadas manualmente por agitação de um recipiente fechado.

4. Após constatar que a temperatura da solução alcalina estava por volta de 24 °C, inseriu-se o metacaulim e as fibras a essa solução. Com um misturador mecânico, com rotação em torno de 300 RPM, misturou-se a solução alcalina ao pó de metacaulim com as fibras e areia durante 3 minutos.

5. A areia foi adicionada à pasta fibrosa e misturada por mais 2 minutos.

6. Após homogeneizada a mistura, foram adicionados o peróxido de hidrogênio e a solução de SDS e agitada mecanicamente por mais 2 minutos.

7. Após moldagem, as amostras vertidas para os moldes prismáticos (40×40×160 mm<sup>3</sup>) foram vedadas e colocadas imediatamente em estufa ventilada, na temperatura de 24 °C, para serem curadas em condições controladas.

A Tabela 7 apresenta o percentual em massa (g) dos materiais utilizados para a preparação das amostras geopoliméricas.

Tabela 7. Percentual em massa (g) dos materiais utilizados nas amostras

Amostra	MK	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	NaOH	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Fibra	Areia	Surfactante
GPP-REF	308,14	361,69	30,17	11,2	0	700	0
GPP-FV1502	308,14	361,69	30,17	11,2	4,62	700	2,8
GPP-FV1508	308,14	361,69	30,17	11,2	4,62	700	11,2
GPP-FV3002	308,14	361,69	30,17	11,2	9,24	700	2,8
GPP-FV3008	308,14	361,69	30,17	11,2	9,24	700	11,2
GPP-FP1502	308,14	361,69	30,17	11,2	4,62	700	2,8
GPP-FP1508	308,14	361,69	30,17	11,2	4,62	700	11,2
GPP-FP3002	308,14	361,69	30,17	11,2	9,24	700	2,8
GPP-FP3008	308,14	361,69	30,17	11,2	9,24	700	11,2

Fonte: Autor (2023)

### 3.3 CARACTERIZAÇÃO DO PRECURSOR

#### 3.3.1 Análise microestrutural do precursor

As fases cristalinas presentes no metacaulim foram determinadas por difração de raios X (DRX). Para tanto, foi utilizado difratômetro de raios X modelo LabX XRD-6100 da marca Shimadzu. A identificação das fases foi obtida pela comparação dos resultados com os difratogramas contidos no banco de dados Crystallography Open Database (COD 2018) empregando o software Match!3. O intervalo de ângulos  $2\theta$  analisados foi de 2 a 80°. A análise foi feita com uma taxa de leitura correspondente a 2°/min, aceleração de 30 kV e 30 mA, e comprimento de onda Cu K $\alpha$ 1 de  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ .

#### 3.3.2 Fluorescência de raios X

A análise da composição química foi realizada por espectrometria de fluorescência de raios X por energia dispersiva (FRX), em equipamento EDX 7000 da marca Shimadzu, no laboratório LACAMI do centro tecnológico da SATC, seguindo o método quantitativo de óxidos para amostras sólidas (metálicas, inorgânicas) ou em pó. A amostra foi moída previamente, prensada após moagem do material e preparada com o teste de perda ao fogo, seguindo a (ASTM D 7348–07, 2010).

### 3.3.3 Análise térmica do precursor

Para determinar os fenômenos associados às reações físico-químicas do metacaulim com o incremento da temperatura, bem como determinar a variação de massa das amostras, foram realizadas análises de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e termogravimetria (TG) em equipamento Netzsch STA 449F3. As análises foram realizadas com uma taxa de aquecimento  $20\text{ °C min}^{-1}$  em atmosfera de  $\text{N}_2$ , em um intervalo de temperatura entre 5 a  $1000\text{ °C}$ .

### 3.3.4 Distribuição granulométrica

Esta técnica foi utilizada para caracterizar o tamanho médio e distribuição de tamanhos das partículas das amostras de metacaulim. O tamanho de partícula das amostras foi medido com um analisador de partículas por difração a laser por via úmida, utilizando álcool etílico, equipamento modelo CILAS 1064, do laboratório CECAM/UNESC com faixa analítica de  $0,04 - 500\text{ }\mu\text{m}$  para 100 classes.

## 3.4 CARACTERIZAÇÃO DO COMPOSITO

### 3.4.1 Ensaio de consistência

Para realizar o ensaio de consistência (*flow table*) nas argamassas, foi usada como padrão a norma (ASTM C230, 2023), intitulada “Standard test method for flow of hydraulic cement mortar”. Essa norma descreve o procedimento para medir a consistência de argamassas de cimento utilizando uma mesa de consistência (*flow table*).

A ASTM C230 fornece diretrizes detalhadas sobre a preparação da amostra, a operação do ensaio na mesa de consistência, a interpretação dos resultados e os cálculos necessários para determinar a consistência da argamassa.

### 3.4.2 Análise morfológica

Com o objetivo de avaliar as características morfológicas dos compósitos, foram realizadas imagens em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (EVO MA10, Zeiss), equipado com um espectrômetro por dispersão de energia de raios X (EDS) (FEI-QUANTA FEG 450) usado para determinar a microestrutura da argamassa e para conduzir a análise elementar. Como análise complementar foi utilizado um estereomicroscópio binocular com zoom, que permite aumento em até 90 vezes, acoplado a uma máquina fotográfica Sony com lente Leica Q para verificação da morfologia dos poros.

O software ImageJ (Processamento e análise de imagens via Java®) foi utilizado como ferramenta auxiliar para contagem e medição do tamanho dos poros. O software, usando um sistema binário, identifica poros, possibilitando sua contagem, determinação da distribuição volumétrica e estimativa da porosidade no material.

Com intuito de verificar a morfologia e alteração no tamanho dos poros, e por se tratar de argamassa com areia de granulometria acima de 150  $\mu\text{m}$ , os poros com diâmetro abaixo de 200  $\mu\text{m}$  foram descartados da contagem, pois a precisão do método é limitada à qualidade da imagem, e poros abaixo deste tamanho são facilmente confundidos com o grão de areia.

Segundo Campos *et al.* (2017), este método se aproxima muito do método da porosimetria por intrusão de mercúrio. Em seus experimentos comparativos com alumina macro porosa eles obtiveram no máximo 7% de diferença entre os métodos. Nesse sentido, uma pequena variação entre esses métodos é esperada devido à heterogeneidade da porosidade ao longo da amostra.

### 3.4.3 Densidade real e aparente

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

A densidade real do compósito geopolimérico da amostra de referência preparada com  $\text{H}_2\text{O}_2$  foi de 2190  $\text{kg}/\text{m}^3$  (argamassa), sendo determinada pela técnica

de picnometria em gás hélio, utilizando o princípio de Arquimedes de deslocamento de fluido com o uso do analisador Accu Pyc II 1340 da Micromeritics.

O ensaio de massa específica foi realizado seguindo os preceitos da NBR (ABNT NBR 9778, 2005): Argamassa e concretos endurecidos, Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Determina-se a massa específica de 5 composições de argamassa. Aplica-se o quociente entre a massa e volume conforme equação 10.

$$\gamma = \frac{m}{V} \quad (10)$$

Onde:  $\gamma$  = massa específica do geopolímero ( $\text{g}/\text{cm}^3$ );  $m$  = massa do corpo de prova (g);  $V$  = volume do corpo de prova ( $\text{cm}^3$ ).

A porosidade total das composições de GPs, com adição distinta de fibras e surfactante, foi então calculada de acordo com a equação 11 (Landi *et al.*, 2013).

$$\text{Porosidade total} = \left[ 1 - \left( \frac{\text{densidade aparente}}{\text{densidade real}} \right) \right] \times 100 \quad (11)$$

#### 3.4.4 Módulo de elasticidade

Segundo (P. Kumar Mehta e Paulo J. M. Monteiro, 2014), o módulo de elasticidade é uma propriedade intrínseca dos materiais que depende de alguns fatores como: composição química, microestrutura, porosidade, geometria dos arranjos atômicos e das interações existentes entre átomos e moléculas. Consiste num parâmetro de medida da rigidez.

O equipamento utilizado para esse ensaio foi o Sonelastic® da ATPC Engenharia. É um ensaio não-destrutivo do módulo dinâmico de elasticidade, módulo de cisalhamento e razão de Poisson, a partir de frequências naturais medidas pela técnica de excitação por impulso, e baseia-se na norma (ASTM E1876-22, 2022).

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

O equipamento foi adaptado para amostras de tamanho reduzido, conforme Figura 14, sendo formado por captadores (pedestal CA-EL-SB omnidirecional), suportes (SB-AP) e pulsador (manual PM-HL). O ensaio foi realizado no laboratório NANOTEC da UFSC. Para este ensaio foi usado corpo prismático de 40x40x10 mm<sup>3</sup> (fração da amostra padrão) para melhor captação dos pulsos.

O modo de vibração utilizado nesse ensaio é a vibração flexional, que permite calcular o módulo de elasticidade a partir do uso de uma razão de Poisson. A equação 12 descreve-se o cálculo desse módulo para corpos de prova prismáticos.

$$E = 0,9465 \left( \frac{m \cdot f^2}{b} \right) \left( \frac{L^3}{t^3} \right) T_1 \quad (12)$$

Onde: m = massa (g); L = comprimento (mm); b = largura (mm); t = espessura (mm); f = frequência de ressonância fundamental flexional (Hz); T<sub>1</sub> = fator de correção para o modo fundamental flexional, que depende da razão de Poisson ( $\mu$ ) e da razão de aspecto da barra.

Figura 14. Medição do módulo dinâmico



Fonte: Autor (2023)

### 3.4.5 Resistência à compressão

Os ensaios de resistência à compressão das amostras foram realizados em máquina universal de ensaios mecânicos marca EMIC que possui escala de

velocidade de 0,005 a 5 mm/minuto. Foi mantida uma velocidade de aplicação da carga de 0,5 mm/min, até à ruptura do material.

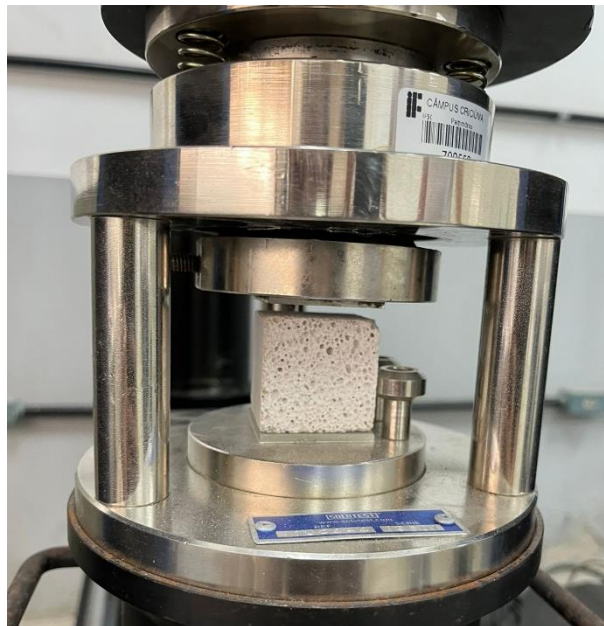
Esse ensaio foi executado conforme as diretrizes da norma (ABNT NBR 7215, 2019), que preconiza uma taxa de carregamento de  $0,25 \pm 0,05$  MPa/s. Então, foi determinada a resistência compressiva dos corpos de prova pelo quociente entre a carga de ruptura e a área do corpo de prova, isto é:

$$R_c = \frac{F_c}{A_{cp}} \quad (13)$$

Onde:  $R_c$  = resistência à compressão (MPa);  $F_c$  = carga de ruptura compressiva (N);  $A_{cp}$  = área do corpo de prova ( $\text{mm}^2$ );

Para este ensaio foi utilizado aparato que mede a resistência à compressão em prismas de  $40 \times 40 \times 40 \text{ mm}^3$ , conforme ilustrado na Figura 15.

Figura 15. Ensaio de Resistência à compressão



Fonte: Autor (2023)

### 3.4.6 Resistência à flexão

Os ensaios resistência à flexão foram realizados conforme indicações da (ASTM C348, 2021) ('Standard test method for flexural strength of hydraulic-cement mortars'), foram moldados em corpos de prova prismáticos ( $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ ). Os

ensaios foram realizados em máquina universal de ensaios mecânicos marca (EMIC), conforme ilustrado na Figura 16.

A ASTM C348 estabelece as condições de ensaio, incluindo a preparação de corpos de prova, o método de ensaio de flexão e os cálculos necessários para determinar a resistência à flexão das argamassas.

Figura 16. Determinação da Resistência à flexão das amostras



Fonte: Autor (2023)

### 3.4.7 Resistência específica das amostras

A resistência específica de um composto cimentício pode ser determinada usando a resistência à compressão e a densidade do material. A resistência específica é uma medida da capacidade de suportar cargas compressivas em relação à sua densidade.

Usando os valores de resistência à compressão e densidade aparente conforme citado nos subitens anteriores, a resistência específica é calculada segundo:

$$\text{Resistência específica} = \frac{RC}{\gamma} \quad (14)$$

Onde: RC = resistência à compressão aos 28 dias (MPa);  $\gamma$  = densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>).

O resultado fornece uma medida da capacidade do material de suportar cargas de compressão em relação à sua densidade. Quanto maior for o valor da resistência específica, melhor será a relação entre a resistência e a densidade do

composto cimentício, o que é desejável em muitas aplicações de engenharia civil e materiais de construção.

#### **3.4.8 Condutividade térmica**

A condutividade térmica das argamassas é uma medida da capacidade do material em conduzir o calor. Ela descreve a taxa na qual o calor é transmitido através da argamassa em resposta a um gradiente de temperatura. A condutividade térmica da argamassa pode variar dependendo de sua composição, proporção de ingredientes e densidade.

A condutividade térmica das amostras foi medida à temperatura ambiente, utilizando-se o equipamento C-THERM TH130041 do laboratório NANOTEC do PPGEC UFSC, que utiliza o método MTPS para medição da condutividade térmica.

O método da técnica de fonte de plano transitório modificado (MTPS) veio para agilizar e diversificar os materiais cuja condutividade e a difusividade térmica sejam o interesse de estudo. O método emprega um sensor de refletância de calor unilateral, interfacial, que aplica uma fonte de calor constante e momentânea à amostra. Normalmente, o pulso de medição é de 1 a 3 segundos. A condutividade térmica e a difusividade são medidas diretamente, fornecendo uma visão geral detalhada das propriedades de transferência de calor do material de amostra.

Antes de serem realizadas as medições, as amostras permaneceram em câmara climática até os 28 dias na temperatura de 24 °C e em seguida foram transferidas para um dessecador a vácuo modelo TECNICAL TE-3950 por 48 horas para padronização dos ensaios, conforme apresentado na Figura 17. Para minimizar o erro associado às medições, foram efetuadas, no mínimo, cinco medidas para cada amostra com tamanho de 40x40x10mm<sup>3</sup>.

Figura 17. Medição da condutividade térmica em equipamento C-Therm



Fonte: Autor (2023).

### 3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Uma análise estatística abrangente foi conduzida para investigar os efeitos da variação das concentrações de componentes-chave nas amostras de argamassas. Utilizando a técnica da ANOVA, foram analisadas as variações significativas entre diferentes níveis de componentes em relação às propriedades das amostras. Além disso, para compreender a complexa interação entre os fatores estudados, uma análise da superfície de resposta foi realizada, mapeando as respostas das amostras em um espaço tridimensional de variáveis independentes. Essa abordagem permitiu não apenas identificar as variáveis que mais afetam as propriedades da argamassa geopolimérica porosa, mas também otimizar as concentrações desses componentes para atingir desempenho máximo. Os resultados dessa análise estatística fornecem insights valiosos para o desenvolvimento de argamassas personalizadas com propriedades específicas para diversas aplicações na indústria da construção.

Tais análises estatísticas foram realizadas utilizando o programa Statistica 12.5 da Statsoft®.

## 4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS DADOS

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DO METACAULIM

#### 4.1.1 Difração a laser

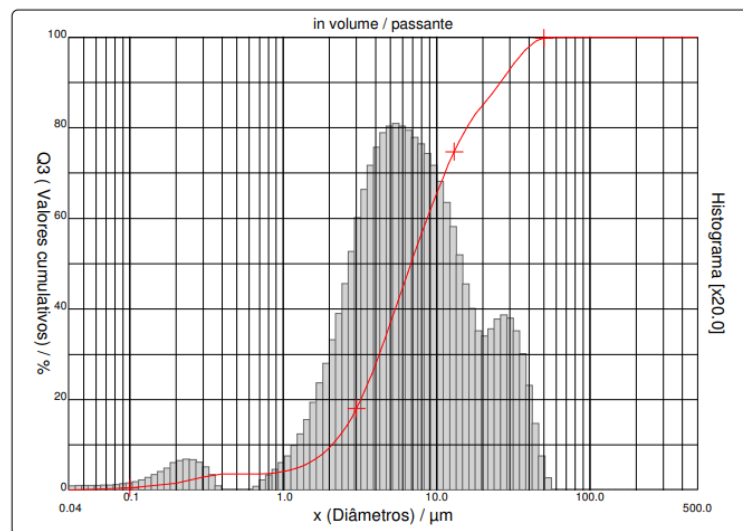
O metacaulim foi submetido a uma análise de distribuição de tamanho de partículas conforme apresentado na Tabela 8 e Figura 18. O metacaulim apresentou diâmetro médio de 10,43  $\mu\text{m}$ , diâmetro este equivalente com pesquisas anteriores de (Alves *et al.*, 2023; Ramos, 2017) com 10,82  $\mu\text{m}$ .

Tabela 8. Propriedades físicas do metacaulim.

Propriedades	Tamanho ( $\mu\text{m}$ )
Diâmetro médio	10,43
Diâmetro a 10%	2,08
Diâmetro a 50%	6,8
Diâmetro a 90%	26,08
Massa específica ( $\text{kg}/\text{dm}^3$ )	2,5
Massa unitária ( $\text{kg}/\text{dm}^3$ )	0,6

Fonte: Autor (2023)

Figura 18. Curva de distribuição de tamanho de partículas do metacaulim



Fonte: Autor (2023)

Comparando o metacaulim com outras fontes de aluminossilicatos, a cinza volante utilizada por Feng *et al.* (2015) tinha diâmetro médio de 150  $\mu\text{m}$ . Novais *et al.*

(2016), em seu material composto por metacaulim e cinza volante, mostraram que a cinza volante é geralmente mais grossa que o metacaulim, enquanto a cinza utilizada em sua pesquisa apresentava um tamanho médio de partícula de 63  $\mu\text{m}$ , o valor para o metacaulim era de apenas 5  $\mu\text{m}$ . Ramos (2017), em seu experimento utilizou metacaulim comercial com diâmetro médio das partículas de 9  $\mu\text{m}$ , resultando em um geopolímero com boa resistência mecânica.

Ainda segundo a NBR 12653 (2014) e a ASTM C618 (1991), para o metacaulim ser considerado um material pozolânico ele deve ter até no máximo 20% do seu material retido na peneira 45  $\mu\text{m}$ . Nesta pesquisa este percentual foi de aproximadamente 4%, conforme apresentado no gráfico ilustrado na Figura 18.

Usando metacaulim do mesmo fornecedor, (Alves *et al.*, 2023) obtiveram diâmetro de partícula semelhante ao deste trabalho e segundo os autores, o metacaulim daquele estudo proporcionou uma resistência mecânica elevada, muito por conta da reatividade do material, fino quando comparado aos geopolímeros de cinza volante.

#### 4.1.2 Fluorescência de raios X

A composição química do metacaulim foi determinada pelo ensaio de fluorescência de raios X conforme apresentado na Tabela 9. O metacaulim apresentou características de material pozolânico, estando todos os parâmetros químicos adequados à NBR 12653 (2014).

Tabela 9. Composição química do metacaulim

Óxido	Teor (%)
SiO <sub>2</sub>	56,29
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40,56
K <sub>2</sub> O	0,67
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,66
Outros < 0,015	0,07
Perda ao fogo	1,75

Fonte: Autor (2023)

As amostras de metacaulim submetidas à fluorescência de raios X apresentaram SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> em alta concentração e em pouca concentração Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e

$K_2O$ . A sílica ( $SiO_2$ ) é o principal componente da matéria-prima. O óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) é característico nos materiais cerâmicos.

A partir da análise química, considerando a soma dos percentuais de  $SiO_2 + Al_2O_3$  igual a 96,9%, o caulim que originou o metacaulim tinha uma boa pureza. Além disso, segundo as normas NBR 12653 (2014) e ASTM C618 (2005), quando este percentual acrescido de  $Fe_2O_3$  for superior a 70% é dito que este material apresenta característica pozolânica.

Segundo (MEDINA, 2011), quando se visa a utilização de metacaulim de alta reatividade (área específica da ordem de 12.000  $m^2/kg$ ), o teor mínimo de  $SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$  deve ser elevado a 90%. Outro valor questionado pelo autor foi o referente à perda ao fogo máxima, a qual sugere que seja diminuída para o máximo de 3%; a perda ao fogo neste trabalho foi de 1,75%.

Considerando a composição química do metacaulim, foi possível determinar as relações molares principais da mistura, conforme apresentado na Tabela 10.

Tabela 10. Relações molares do ligante geopolimérico

$SiO_2/Al_2O_3$	$Na_2O/SiO_2$	$H_2O/Na_2O$	$Na_2O/Al_2O_3$
2,23	0,22	11,96	0,48

Fonte: Autor (2023)

Cabe destacar que o metacaulim utilizado nesta pesquisa tem alto teor de alumina (40,56%), este valor é ligeiramente superior ao indicado por (Davidovits, 1991), porém é compensado pela soma do teor de sílica do metacaulim e do silicato de sódio, mantendo as relações molares próximas ao proposto pelo autor.

#### 4.1.3 Difratomia de Raios X

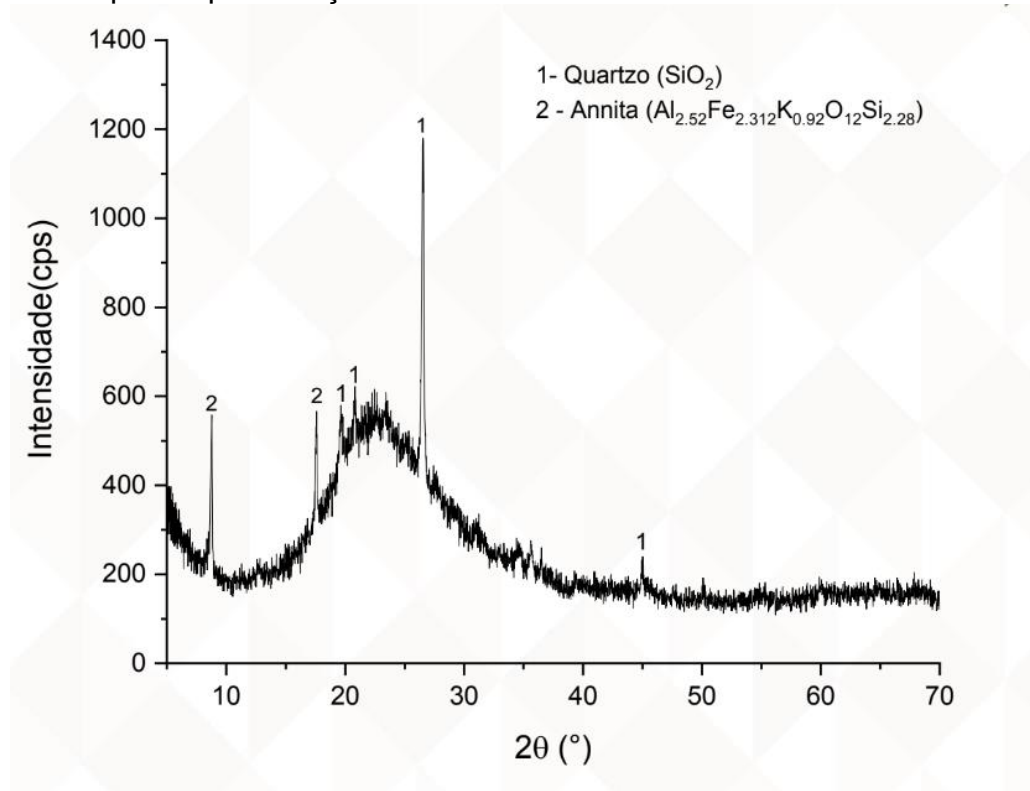
A determinação da composição mineralógica obtida por difratometria de Raios X (DRX), através de Difratomômetro de Raios X, modelo LabX XRD-6100 da marca Shimadzu.

A identificação das fases foi obtida através da comparação dos resultados com os difratogramas contidos no banco de dados Crystallography Open Database (COD 2018) empregando o software Match!3. O resultado final foi obtido a partir do

difratograma de raios X com as fases identificadas, com tratativa de dados no software Origin 2019 Professional, e é apresentada na figura 19.

O difratograma do metacaulim mostra a presença de cristas de quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) e da fase Annita ( $\text{Al}_{2.52}\text{Fe}_{2.312}\text{K}_{0.92}\text{O}_{12}\text{Si}_{2.28}$ ).

Figura 19. Espectro por difração de raio X da amostra de metacaulim



Fonte: Autor (2023)

O metacaulim é um material reativo, pois há um halo amorfo bem alongado e mais acentuado na região entre 18° e 36° (em 2θ) (Rashad, 2013). O procedimento adotado para calcinação do caulim transformando-o em metacaulim mostrou-se eficaz, apresentando alta concentração de fases amorfas, conforme apresentado no difratograma.

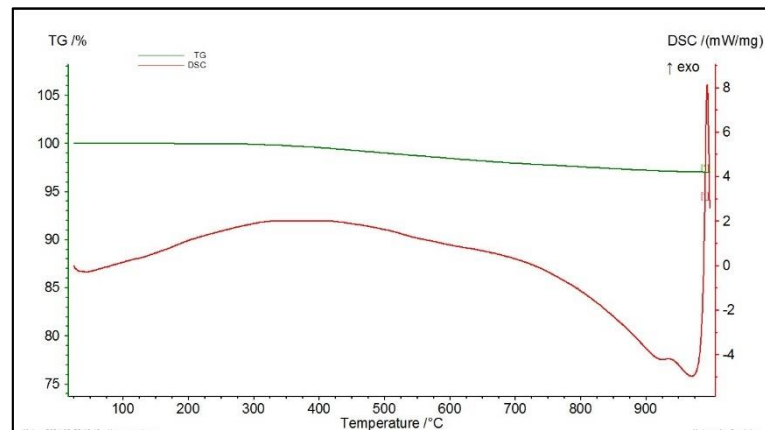
(Media, 2011) analisou a composição mineralógica do metacaulim e os seus resultados para difração mostraram a presença de 25,4% de fases cristalinas (quartzo, muscovita e caulinita). Segundo o autor a presença da caulinita no metacaulim indica que o caulim não foi calcinado adequadamente.

Como a composição da matriz geopolimérica não foi alterada entre as amostras, optou-se pela não realização do ensaio de difração de raios X para a matriz geopolimérica.

#### 4.1.4 Análise térmica

O resultado dos ensaios de calorimetria (DSC) e termogravimetria (TG) estão apresentados na Figura 20.

Figura 20. Termogramas obtidos por DSC/TG para a amostra de metacaulim



Fonte: Autor (2023)

O metacaulim apresentou um pico endotérmico próximo a 1000 °C, o que indica uma possível formação da fase espinélio ou mulita. A perda de massa foi de aproximadamente 2%, valor este equiparado à perda de massa obtida pelo ensaio de FRX.

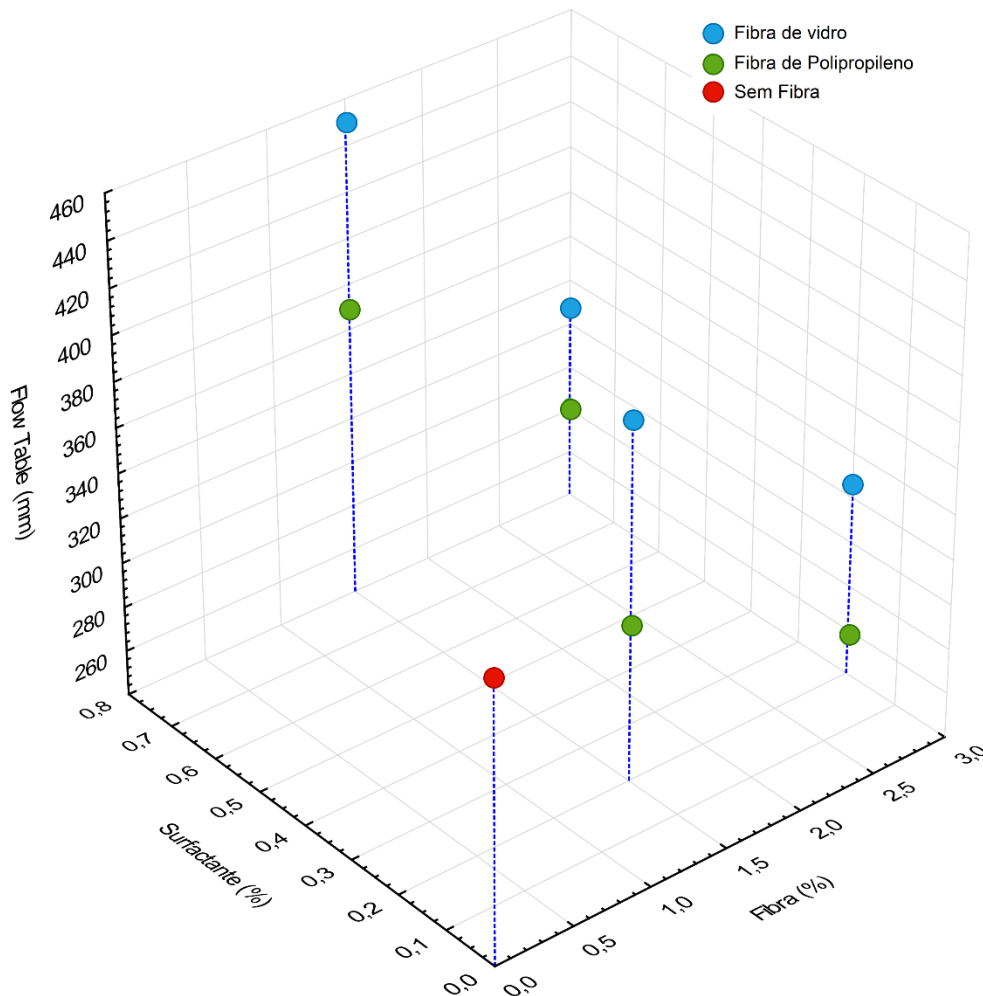
Segundo (Kenne Diffo *et al.*, 2015), a presença de picos entre 450-550 °C indica a desidroxilação da caulinita, dando origem ao metacaulim. Como não foi encontrada a presença destes picos é provável que a calcinação tenha ocorrido de maneira adequada.

#### 4.2 MESA DE CONSISTÊNCIA ('FLOW TABLE')

A Figura 21 mostra as medições realizadas no ensaio de consistência de argamassa realizado em mesa de fluxo ('flow table'). As argamassas geopoliméricas com diferentes concentrações de fibras e aditivo surfactante foram submetidas a este

ensaio logo após serem misturadas. A adição de fibras na argamassa geopolimérica diminuiu os valores de espalhamento sobre a mesa em comparação com a argamassa de referência. Por exemplo, a adição de 3,0% em massa de fibras diminuiu esse parâmetro em 25% (de 360 mm para 270 mm).

Figura 21. Ensaio de consistência pelo método 'flow table'

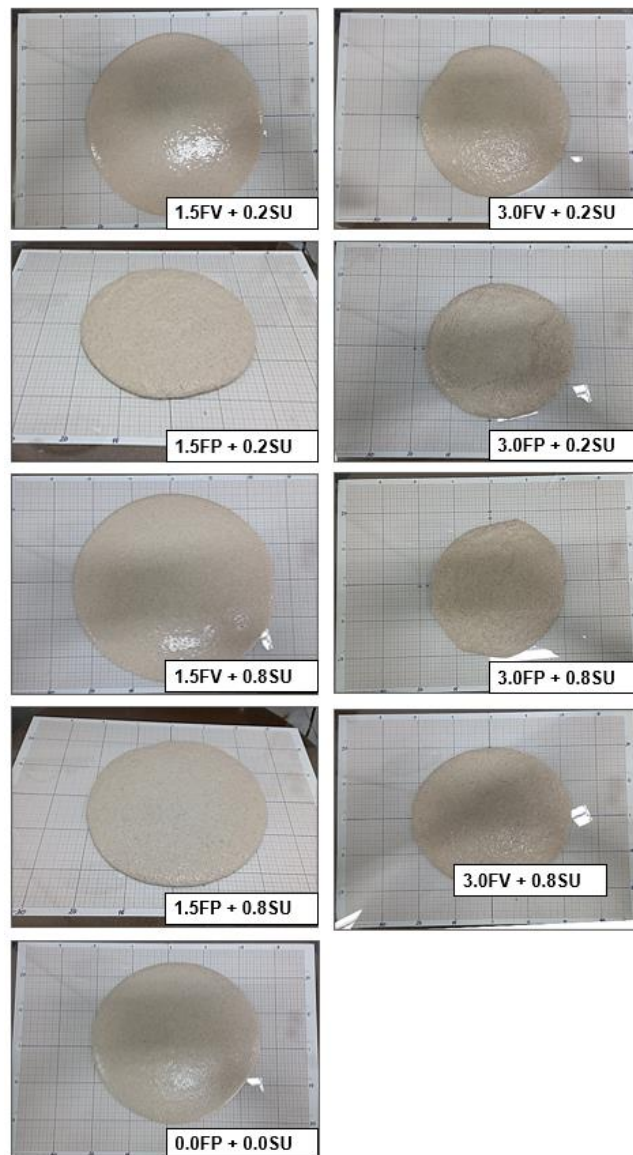


Fonte: Autor (2023)

As fibras impuseram uma forte resistência ao escoamento devido à sua tendência de intertravamento, dificultando o escoamento inicial da massa (Figura 22). Esses resultados estão de acordo com o uso de fibra em matrizes cimentícias, que afetam fortemente o comportamento reológico da matriz (Senff *et al.*, 2020). Por esse motivo, o uso de fibras em concentrações superiores a 3,0% em massa não foi considerado neste estudo, pois a adição de quantidades maiores resultava em pastas

com baixa trabalhabilidade e difícil manuseio para moldar os corpos de prova. Da mesma forma, a incorporação do aditivo surfactante afetou positivamente a trabalhabilidade das pastas, devido ao aumento na viscosidade gerado pelo seu uso. A adição de 0,8% em massa combinada com o uso de fibra de vidro aumentou o espalhamento na mesa em 20% em relação ao traço de referência (de 360 mm para 450 mm). Isto se deve ao fato de que o aditivo surfactante promove uma maior aeração combinada ao uso do peróxido de hidrogênio (agente formador de poros), e mesmo com uma pequena incorporação de fibras, que promove dificuldade no escoamento, foi possível compensar este efeito e ainda aumentar a trabalhabilidade.

Figura 22. Imagens do ensaio de consistência – ‘flow table’



A Tabela 11 mostra a ANOVA para os dados de 'flow table' e na Figura 23 está a superfície de resposta para o experimento. Estes resultados indicaram que a FP resultou em menor fluidez da mistura, resultando em uma menor trabalhabilidade. Este fato pode ser atribuído pelo volume de fibra, que é maior no polipropileno, devido as suas características físicas (diâmetro e volume) que foram apresentadas no capítulo anterior. O aumento da concentração de surfactante também foi significativo para aumento da trabalhabilidade. Com uma incorporação de 0,8% de surfactante resultou em um aumento médio no espalhamento de 13%. Mesmo com a incorporação de 1,5% de fibras, para 3,0% de fibras o espalhamento foi reduzido. O percentual de surfactante aliado ao tipo de fibra não foi considerado significativo, pois o percentual de fibra tem mais relevância do que o tipo de fibra nesta análise conjunta.

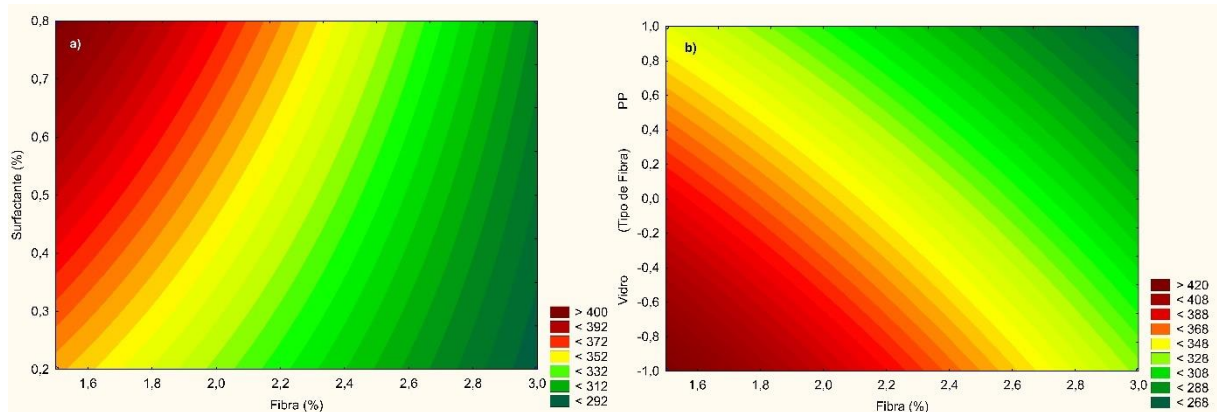
O que foi observado também é que, devido à redução na tensão superficial do sistema ocasionada pelo acréscimo de SDS, é suprimida pela redução da viscosidade ocasionada pela fibra, o que dificulta a análise de variância das amostras.

Tabela 11. ANOVA para 'flow table'

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	46905,04	1	46905,04	689,3576	0,000000
(2) Surfactante (%)	6834,37	1	6834,37	100,4440	0,000000
(3) Tipo de Fibra	32782,04	1	32782,04	481,7936	0,000000
1 e 2	2262,04	1	2262,04	33,2449	0,000029
1 e 3	1001,04	1	1001,04	14,7122	0,001459
2 e 3	100,04	1	100,04	1,4703	0,242899
1*2*3	165,38	1	165,38	2,4305	0,138554
Erro	1088,67	16	68,04		
Total SS	91138,63	23			

Fonte: Autor (2023)

Figura 23. Superfície de resposta 'flow table': (a) Combinação do percentual de surfactante x percentual de fibra; (b) combinação do tipo de fibra x percentual de fibra



Fonte: Autor (2023)

Em um trabalho similar, Senff et al. (2020) produziram argamassas à base de cinza volante e metacaulim, com pó de alumínio como agente formador de poros, para promover uma melhor resistência mecânica ao utilizar fibras de vidro oriundas do descarte de pás eólicas. A adição de fibra em um teor de 2,0% reduziu o espalhamento em mesa em 43% (de 235 mm para 135 mm). Segundo os autores, o percentual ficou limitado à adição de 2,0% devido à forte resistência ao escoamento. Cabe aqui destacar que este trabalho não avaliou a interferência do aditivo surfactante, onde o mesmo fixou o uso de um surfactante comercial em 0,07%, e que o pó de alumínio usado como agente aerador ocasiona uma maior redução na fluidez da mistura.

Aisheh et al. (2022) inseriram uma combinação de fibra de aço com fibra de polipropileno em geopolímeros à base de micro sílica e escória granulada de alto forno. Esta mistura de fibras proporcionou uma redução do espalhamento de 33% para uma adição de 2,0% de fibra. Segundo os autores, as fibras leves como a de polipropileno, devido à baixa densidade dessas fibras, acabam acarretando em um volume alto de fibras, quando comparado a outros tipos de fibras, o que acaba induzindo em um maior número de interações entre a fibra e a matriz, resultando em maior resistência interna ao escoamento.

De forma similar, Cheng et al. (2022) utilizaram um composto binário de fibras de PVA e nanotubos de carbono de parede múltipla. A fluidez das misturas frescas diminuiu com o aumento do teor de fibras de PVA. A fluidez das misturas sem fibras de PVA foi de 385 mm. Quando o teor de fibras PVA nas misturas é de 1,5%, sua fluidez é drasticamente reduzida para 265 mm, o que é 31,2% menor do que sem

fibras de PVA. Além disso, foi observado que quando a quantidade de fibras de PVA nas misturas foi de 2,5%, ainda assim apresentou uma boa fluidez de 225 mm.

A diminuição da fluidez associada ao teor de fibras é relatada por diversos autores (Aisheh *et al.*, 2022; Ajouguim *et al.*, 2023; Gholampour *et al.*, 2022; Natali, Manzi e Bignozzi, 2011) sendo que os motivos principais elencados pelos autores são: (1) O aumento do teor de fibras leva a um aumento da área superficial específica total das fibras, de forma que parte da solução é ocupada, resultando no aumento da força coesiva das misturas; (2) a incorporação de fibras pode alterar a estrutura da matriz cimentícia, dificultando o escoamento das misturas frescas; (3) a distribuição aleatória e desordenada das fibras cria resistência à velocidade de fluxo das misturas frescas.

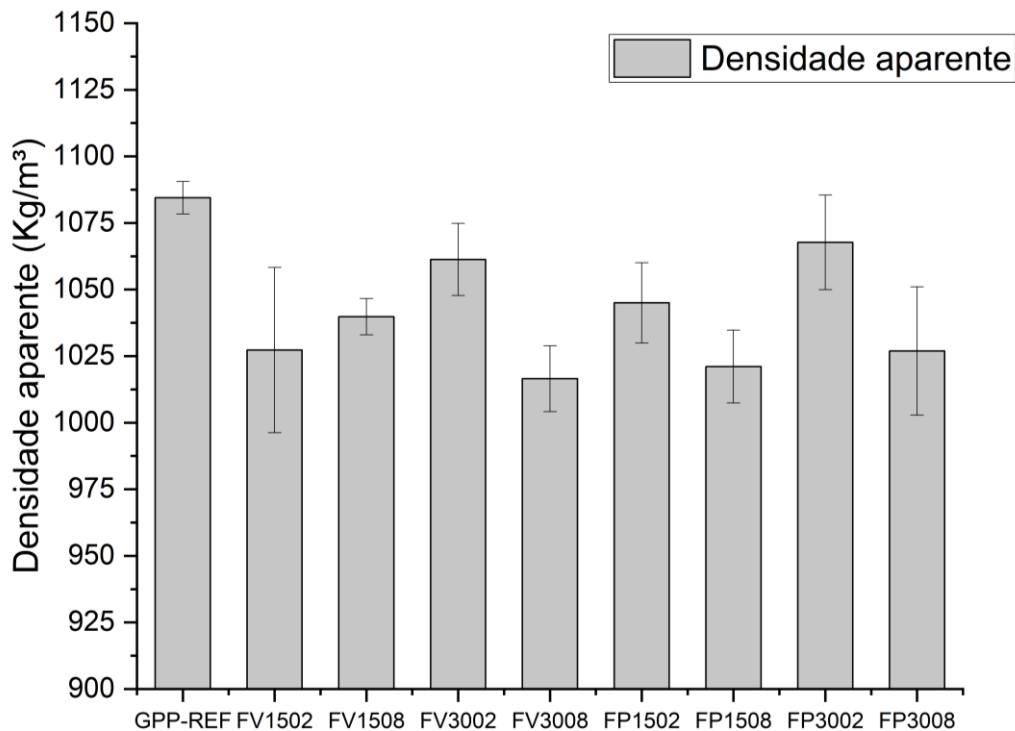
Outro ponto observado foi que a combinação de surfactante com o peróxido de hidrogênio promove sim uma maior velocidade de fluxo, o que é favorável para misturas que visam o uso de fibras em materiais porosos, promovendo uma compensação do efeito de travamento proporcionado pelas fibras. SENFF *et al.* (2020), mostraram que uso de pó de alumínio como agente formador de poros aliado ao uso de fibra não promove essa compensação. Pelo contrário o uso de pó de alumínio ocasiona uma redução da fluidez da argamassa. A incorporação do agente de expansão afetou negativamente a trabalhabilidade e com a adição de 0,1% em massa reduziu fortemente o espalhamento na mesa de 235 mm para 134 mm, enquanto quantidades maiores não afetaram significativamente este parâmetro.

#### 4.3 DENSIDADE APARENTE E POROSIDADE

A Figura 24 apresenta os resultados de densidade aparente no estado endurecido da argamassa de referência (GPP Ref 0%) e das argamassas com inclusão de fibras e surfactante. Como esperado, o tipo de fibra não apresentou diferença significativa na densidade aparente. Para as composições com 3% de fibra e 0,2% de surfactante a densidade variou menos de 1% (1067,71 kg/m<sup>3</sup> para fibra de polipropileno e 1061,29 kg/m<sup>3</sup> para fibra de vidro). Este comportamento também não resultou em diferença significativa nos outros grupos com o mesmo teor de fibra e tipo de fibra. Neste mesmo contexto foi observado que a inserção de fibras com o mesmo teor de surfactante não altera a densidade aparente de forma significativa. Já em relação a amostra de referência houve uma redução de todos os grupos, fato este pode

estar associado a adição do aditivo surfactante que não estava presente na amostra de referência.

Figura 24. Densidade aparente argamassas geopoliméricas no estado endurecido

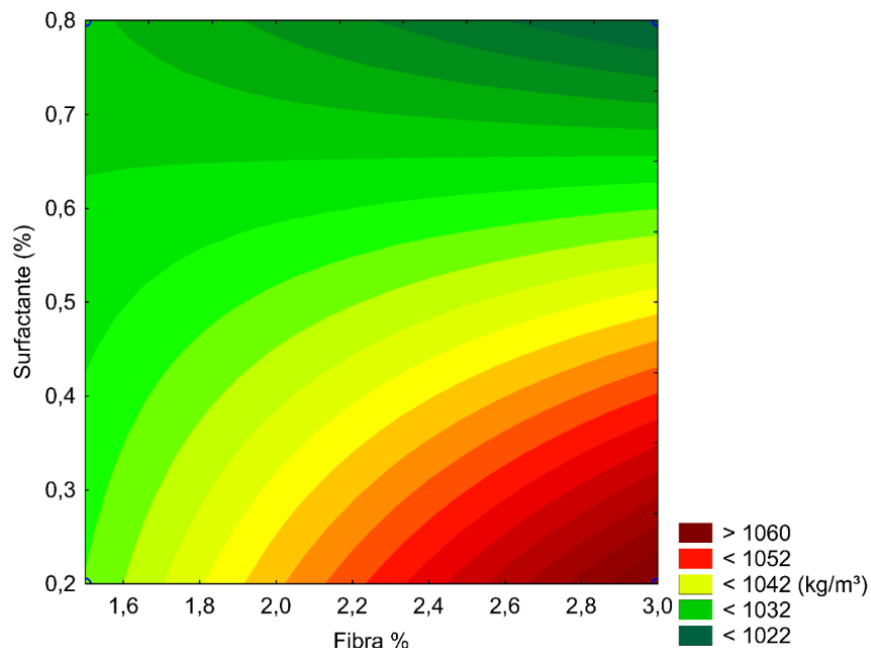


Fonte: Autor (2023)

Conforme pode ser observado na Figura 25 e na Tabela 12, que tratam da superfície de resposta e tabela ANOVA para densidade aparente, o aditivo surfactante é quem apresenta o maior grau de significância, e desta forma pode ser observado que os valores variaram de 1084,45 kg/m<sup>3</sup> para a referência sem surfactante até 1016,50 kg/m<sup>3</sup> (6,7%) para o grupo com 3% de fibra de vidro e 0,8% de surfactante.

Outro ponto observado por diversos trabalhos que avaliaram o efeito do agente porogênico em geopolímeros porosos (Alves *et al.*, 2023; Bai e Colombo, 2018; Feng *et al.*, 2015; Novais *et al.*, 2016; Novais, Pullar, Robert. C. e Labrincha, 2020), é que o agente porogênico é quem tem a maior influência na variação da densidade aparente. O aditivo surfactante auxilia na formação de poros, distribuição dos poros, tamanho e altera a morfologia dos mesmos.

Figura 25. Superfície de resposta para densidade aparente em argamassas geopoliméricas no estado endurecido



Fonte: Autor (2023)

A densidade aparente das argamassas obtidas neste trabalho para o grupo de referência está de acordo com os valores obtidos por Alves et al. (2023), que obtiveram densidade aparente para o grupo com 0,8% de peróxido de hidrogênio de 1150 kg/m<sup>3</sup> com composição semelhante. Porém, quando se compara com o gráfico de superfície de resposta pode-se verificar que as amostras com percentual de fibra maior e percentual de surfactante maior foram mais eficientes para ajudar na redução da densidade aparente, uma redução de 11,60% em relação ao trabalho anterior.

A densidade aparente obtida neste trabalho também teve similaridade com o trabalho de (Senff *et al.*, 2020). Os autores conseguiram uma densidade aparente de aproximadamente 1000 kg/m<sup>3</sup> para uma adição de 0,2% de pó de alumínio e 2% de fibra de vidro. Porém, os mesmos autores relataram que a incorporação de fibras teve o efeito oposto, sendo observado um ligeiro aumento na densidade e uma diminuição na porosidade total. Este fato não foi observado neste trabalho. Conforme apresentado nas Figuras 24 e 25, as fibras impuseram uma leve redução na densidade aparente.

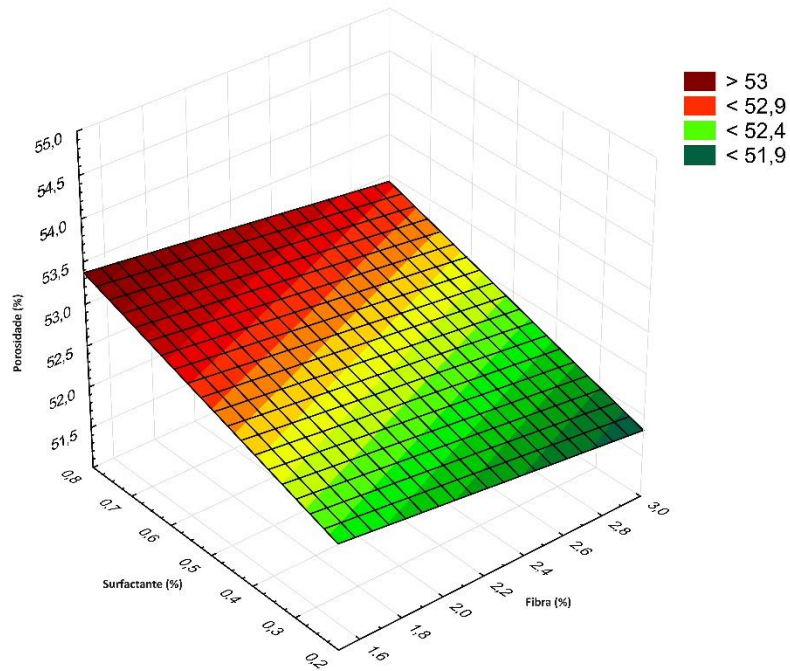
Tabela 12. ANOVA para densidade aparente

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	578,32	1	578,322	1,74156	0,205514
(2) Surfactante (%)	<b>3528,84</b>	<b>1</b>	<b>3528,838</b>	<b>10,62674</b>	<b>0,004918</b>
(3) Tipo de Fibra	93,52	1	93,515	0,28161	0,602935
1 e 2	<b>2065,71</b>	<b>1</b>	<b>2065,712</b>	<b>6,22068</b>	<b>0,023955</b>
1 e 3	118,89	1	118,889	0,35802	0,557984
2 e 3	395,99	1	395,989	1,19248	0,291001
1*2*3	612,58	1	612,584	1,84474	0,193241
Erro	5313,15	16	332,072		
Total SS	12706,99	23			

Fonte: Autor (2023)

A porosidade obtida aqui variou de 50,48% a 53,58% entre o grupo de referência e o grupo com 3% de fibra e 0,8% de surfactante (Fig. 26). Os resultados indicam similaridade com outros trabalhos que avaliaram este parâmetro em argamassas porosas como (Senff *et al.*, 2020), com 50-60%, (Rossi, De *et al.*, 2018), com 44-56%, e (Alves *et al.*, 2023), com 48-50%.

Figura 26. Porosidade total das argamassas geopoliméricas



Fonte: Autor (2023)

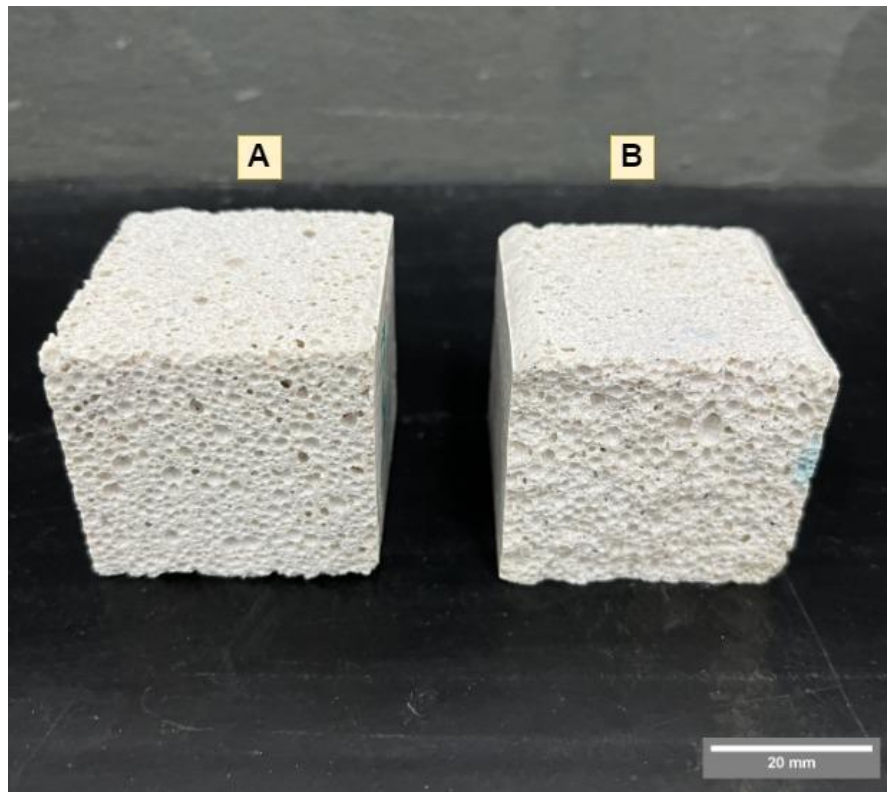
Vale destacar dois pontos, primeiro é que a densidade aparente teve pouca variação entre os grupos, conseqüentemente a porosidade também pouco variou. Outro ponto é que, por se tratar de argamassa, onde sua densidade real é de 2190 kg/m<sup>3</sup>, a porosidade média próxima aos 50% é considerada como boa para aplicações em materiais isolantes ou de baixo peso. Diferente dos trabalhos com pastas, onde a porosidade varia entre 70-90% para os mesmos percentuais de agente porogênico, porém com pouca aplicação para indústria da construção civil (Klima *et al.*, 2022).

#### 4.4 DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DOS POROS

A morfologia e distribuição do tamanho dos poros dos geopolímeros porosos com a dição de fibras foi observada em microscópio óptico e são ilustradas nas Figuras 27-30. As imagens microscópicas mostram algumas diferenças nos tamanhos dos vazios contendo ar, na sua morfologia e sua distribuição entre os diferentes grupos. No entanto, é muito difícil distinguir a distribuição do tamanho dos poros observando somente as imagens. O processo de análise das imagens foi realizado em amostras retificadas (cubos de 40 mm de lado) e sendo assim o processo de retífica pode confundir poro com o vazio proveniente do grão de areia extraído no processo de retífica. Desta forma, para melhor ilustrar e comparar os dados entres os grupos, poros com diâmetro médio inferior a 200 µm foram descartados na contagem de poros.

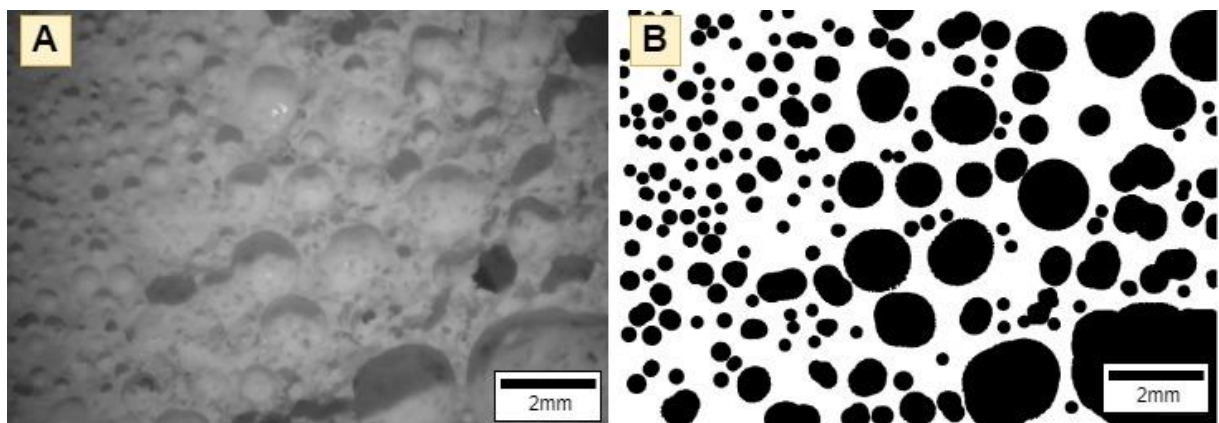
Como pode ser visto na Figura 28, na amostra sem adição de fibra e surfactante ocorre uma distribuição heterogênea dos poros. Isso já foi observado e relatado anteriormente (Alves *et al.*, 2023). Este fato é decorrente do processo de formação dos poros com o agente porogênico H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, que tende à formação de bolhas maiores mais próximas à superfície da amostra, devido ao efeito de drenagem e coalescência. Ainda segundo o mesmo autor, este efeito afeta negativamente nas propriedades térmicas e, devido ao processo de coalescência de bolhas mais próximas à superfície, resulta em uma piora nas propriedades mecânicas. Na Figura 30 são apresentadas as imagens tratadas com o software Image J, binarizadas, que serviram de mecanismo de contagem dos poros entre os grupos estudados.

Figura 27. Amostra (a) retificada usada para contagem de poros e amostra (b) rompida em ensaio de flexão para análise morfológica



Fonte: Autor (2023)

Figura 28. Imagem (a) microscópica da seção transversal da amostra referência e tratamento de imagem (b) com software ImageJ.



Fonte: Autor (2023)

A adição do aditivo surfactante proporcionou uma melhor distribuição dos poros em todos os grupos, reduzindo o efeito da coalescência e drenagem, reduzindo também o tamanho médio dos poros quando comparados à amostra de referência. Entre os grupos com fibra de vidro e fibra de polipropileno observou-se ainda uma

melhor distribuição dos poros nos grupos com fibra de polipropileno e teor de surfactante em 0,8%.

Como pode ser observado na Tabela 13, a análise por ANOVA mostrou que o teor de surfactante e o tipo de fibra foram significantes para alteração do tamanho dos poros. O percentual de fibra não foi significativo, mostrando que esta propriedade é governada pelo teor de agente porogênico associado ao teor de surfactante. Já quando é analisada a quantidade de poros por área, todas as variáveis analisadas foram significantes. Esse comportamento era um dos objetivos deste trabalho. Desta forma, até o teor máximo de adição de fibras (3%) as argamassas aeraram governadas somente pela ação dos agentes porogênicos.

Tabela 13. ANOVA para o tamanho dos poros (a) e poros por área (b)

a)

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	0,017015	1	0,017015	1,47290	0,242501
(2) Surfactante (%)	0,137051	1	0,137051	11,86365	0,003333
(3) Tipo de fibra	0,282232	1	0,282232	24,43109	0,000147
1 e 2	0,384519	1	0,384519	33,28548	0,000029
1 e 3	0,013220	1	0,013220	1,14433	0,300612
2 e 3	0,690291	1	0,690291	59,75435	0,000001
1*2*3	0,001136	1	0,001136	0,09831	0,757920
Erro	0,184834	16	0,011552		
Total SS	1,710298	23			

b)

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	49,241	1	49,2413	11,0493	0,004296
(2) Surfactante (%)	96,983	1	96,9833	21,7621	0,000259
(3) Tipo de fibra	137,400	1	137,4003	30,8313	0,000044
1 e 2	143,467	1	143,4667	32,1926	0,000035
1 e 3	10,022	1	10,0218	2,2488	0,153191
2 e 3	498,470	1	498,4702	111,8519	0,000000
1*2*3	0,012	1	0,0125	0,0028	0,958458
Erro	71,304	16	4,4565		
Total SS	1006,900	23			

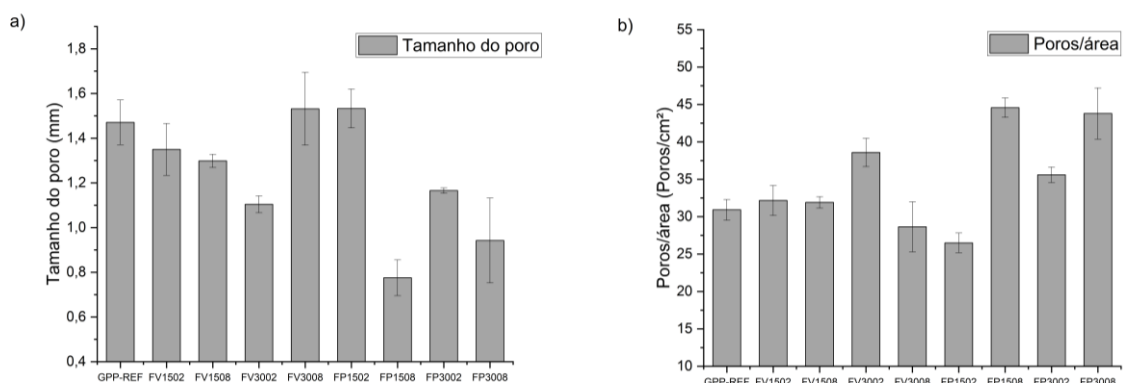
Fonte: Autor (2023)

A combinação de surfactante com agente porogênico  $H_2O_2$  foi estudada anteriormente por diversos autores, dentre eles (Bai e Colombo, 2018; Feng *et al.*, 2015; Klima *et al.*, 2022; Natali Murri *et al.*, 2017; Novais *et al.*, 2016). Sabe-se que o controle da morfologia dos poros é crítico quando se emprega um método químico espumante isoladamente. Ao utilizar agentes espumantes como  $H_2O_2$ , o controle e a

adaptação dos poros são difíceis, tanto em termos de tamanho quanto de formação de cavidades porosas (Klima *et al.*, 2022). Neste contexto, observou-se que a adição de surfactante pode influenciar positivamente o desempenho da espuma criada. Ainda assim, (Bai *et al.*, 2017) mostraram que adicionando agentes espumantes e estabilizantes à pasta de geopolímero, a porosidade no geopolímero endurecido foi aumentada, revelando que, variando a concentração do surfactante aliado ao agente espumante, o tamanho dos poros e a distribuição do tamanho podem ser ajustados. Ainda segundo (Bai *et al.*, 2017), a adição do surfactante Tween 80 (iônico) com peróxido de hidrogênio reduziu o tamanho médio dos poros de 420  $\mu\text{m}$  (sem o surfactante) para 220  $\mu\text{m}$ , uma redução de quase 50% em pastas geopoliméricas.

A Figura 29 mostra o tamanho dos poros (a) e a relação poros por área (b). No grupo da fibra de vidro a variação do tamanho do poro não apresentou comportamento linear. Com 1,5% de fibra houve uma pequena redução no tamanho dos poros com acréscimo surfactante. No grupo com 3% de FV o acréscimo no teor de surfactante ocasionou um aumento dos poros, provavelmente ocasionado pela falta de sustentação das bolhas e coalescência. No grupo das fibras de polipropileno houve um comportamento conforme esperado, com 1,5% de FP o tamanho médio dos poros reduziu de 1550  $\mu\text{m}$  para 780  $\mu\text{m}$ , uma redução de 49,67%. Com acréscimo de FP para 3,0% ocorre uma redução de 1180  $\mu\text{m}$  para 850  $\mu\text{m}$  (29,67%).

Figura 29. Tamanho médio dos poros e área de poros



Fonte: Autor (2023)

Segundo Zhang e Wang (2016), é melhor prever o desempenho mecânico usando o volume de poros acima de 100  $\mu\text{m}$  do que a porosidade total, uma vez que há variações mais substanciais no desempenho mecânico. Ainda segundo os autores,

grandes poros enfraquecem a matriz, e neste caso controlar o tamanho dos poros é fundamental para o desenvolvimento de um bom comportamento mecânico.

Outro parâmetro que interessa no desenvolvimento de geopolímeros porosos é a aplicação como isolante térmico. Para isso os poros devem ser desejavelmente fechados porque o aumento da porosidade aberta aumenta a permeabilidade ao gás, incluindo o ar, que é um meio de transferência de calor (Feng *et al.*, 2015). Neste contexto, deve haver um número significativo de poros com tamanho adequado e interligados entre si para permitir que a onda sonora se propague no interior do material. Além disso, a água tem um grande efeito nas propriedades termo físicas. A quantidade de água adsorvida afeta o processo de deterioração do material e diminui sua eficácia isolante superior. Diante do exposto, o número de poros por área é um parâmetro importante para determinação de bons isolantes térmicos.

Na Figura 30 são apresentadas imagens dos poros de forma binária e assim foi possível quantificar e avaliar o impacto das adições de fibra e surfactante na distribuição dos poros.

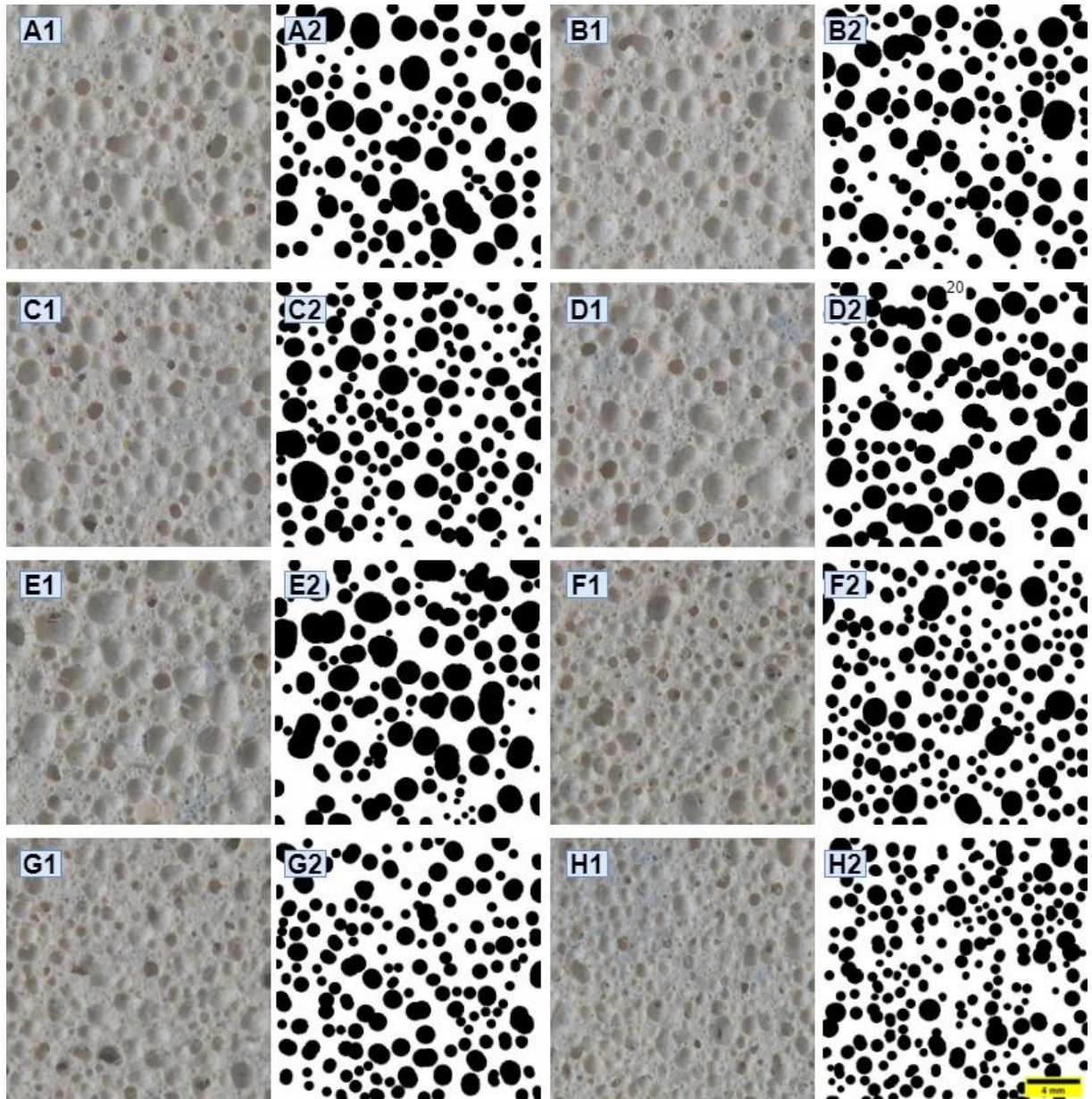
Como pode ser visto na Figura 30, os grupos ABCD são referentes às amostras com fibra de vidro (A-FV1502, B-FV1508, C-FV3002, D-FV3008), e o grupo EFGH é referente às amostras com fibra de polipropileno (E-FP1502, F-FP1508, G-FP3002, H-FP3008).

Conforme apresentado na Figura 31, o grupo de fibra FV teve comportamento semelhante ao parâmetro de tamanho de poros, onde o melhor resultado foi para a amostra com 3,0% de FV e 0,2% de surfactante, com um aumento no número de poros/cm<sup>2</sup> de 31 para 38. No grupo com FP, o aumento na concentração de poro foi ainda maior, sendo que a amostra com 1,5% de FP e 0,8% de surfactante resultou em 45 poros/cm<sup>2</sup>, aumento de 45% em relação à amostra de referência.

Como também pode ser observado na Figura 31, a variação no tamanho dos poros teve alteração significativa no grupo FP, onde a variação do teor de surfactante ocasionou uma redução média de 400 µm, enquanto que no grupo FV esta variação média foi de 200 µm. Na Figura 30 são apresentadas as imagens binárias utilizadas para contagem de poros.

Em um trabalho semelhante (Novais *et al.*, 2016) obtiveram para uma pasta geopolimérica à base de metacaulim e cinza volante 22 poros/cm<sup>2</sup> para o mesmo teor de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sem adição de surfactante.

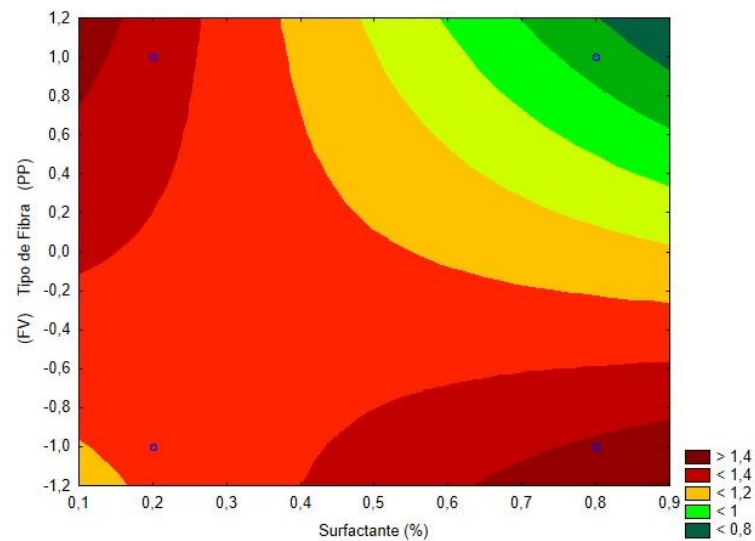
Figura 30. Imagem ótica das amostras (1) e imagens binárias (2) extraídas do ImageJ



Legenda: A (FV1502), B (FV1508), C (FV3002), D (FV3008), E (FP1502), F (FP1508), G (FP3002) e H (FP3008)

Fonte: Autor (2023)

Figura 31. Superfície de resposta para tamanho médio dos poros



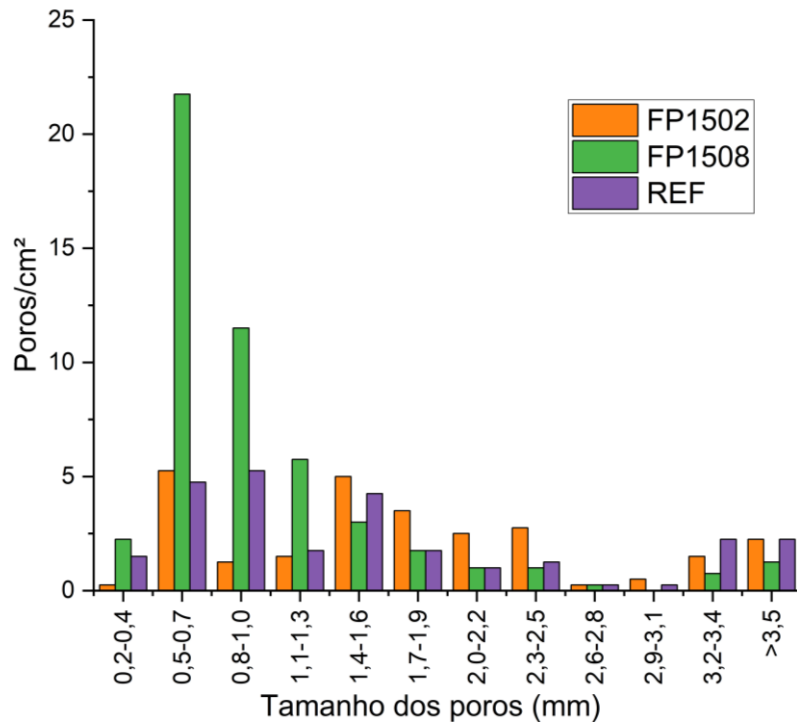
Fonte: Autor (2023)

Quanto ao tipo de fibra utilizado, a fibra de polipropileno aliada ao teor de 0,8% de surfactante apresentou uma melhor resposta ao tamanho de poros, sendo que para este grupo o tamanho médio dos poros foi inferior a 1 mm<sup>2</sup>. Este efeito também pode ser atrelado ao volume de fibra de vidro, que devido ao seu peso específico ser menor do que a fibra de vidro, conseqüentemente o volume foi maior, o que pode ter facilitado o surgimento de novos poros fechados.

Outro ponto que pode ser analisado para verificar a influência do SDS na mistura foi analisando a distribuição dos poros na matriz. Para isso foi verificada esta distribuição na amostra com 1,5% de FP, variando seu teor de surfactante, conforme apresentado na Figura 32.

Como pode ser observado, os poros menores a 1 mm de diâmetro foram formados em maior quantidade quando o teor de surfactante foi aumentado. Para os poros entre 0,50-0,79 mm a contagem mostrou uma diferença de 5 para 22 poros na amostra analisada (1 cm<sup>2</sup>) quando o teor de SDS foi aumentado. Já quando são comparados os valores de 0,2% de SDS em relação à referência, os poros se concentraram em maior quantidade na faixa entre 1,4-2,59 mm de diâmetro. Isso mostrou que o surfactante atuou modificando a tensão superficial da matriz, fazendo com que uma maior quantidade de poros menores fosse formada, evitando fatores como coalescência e engrossamento dos poros. Esse fato confirma o que foi relatado anteriormente sobre a influência do SDS na estabilização das bolhas (Fameau e Salonen, 2014).

Figura 32. Distribuição dos poros na matriz com 1,5% de FP.



Fonte: Autor (2023)

Pode-se então concluir que o SDS criou uma maior quantidade de micelas que serviram para alojar o oxigênio. Assim, uma menor quantidade de surfactante faz com que o oxigênio, por efeito de coalescência, forme poros maiores, visto que a tensão superficial afeta diretamente a quantidade de poros formados.

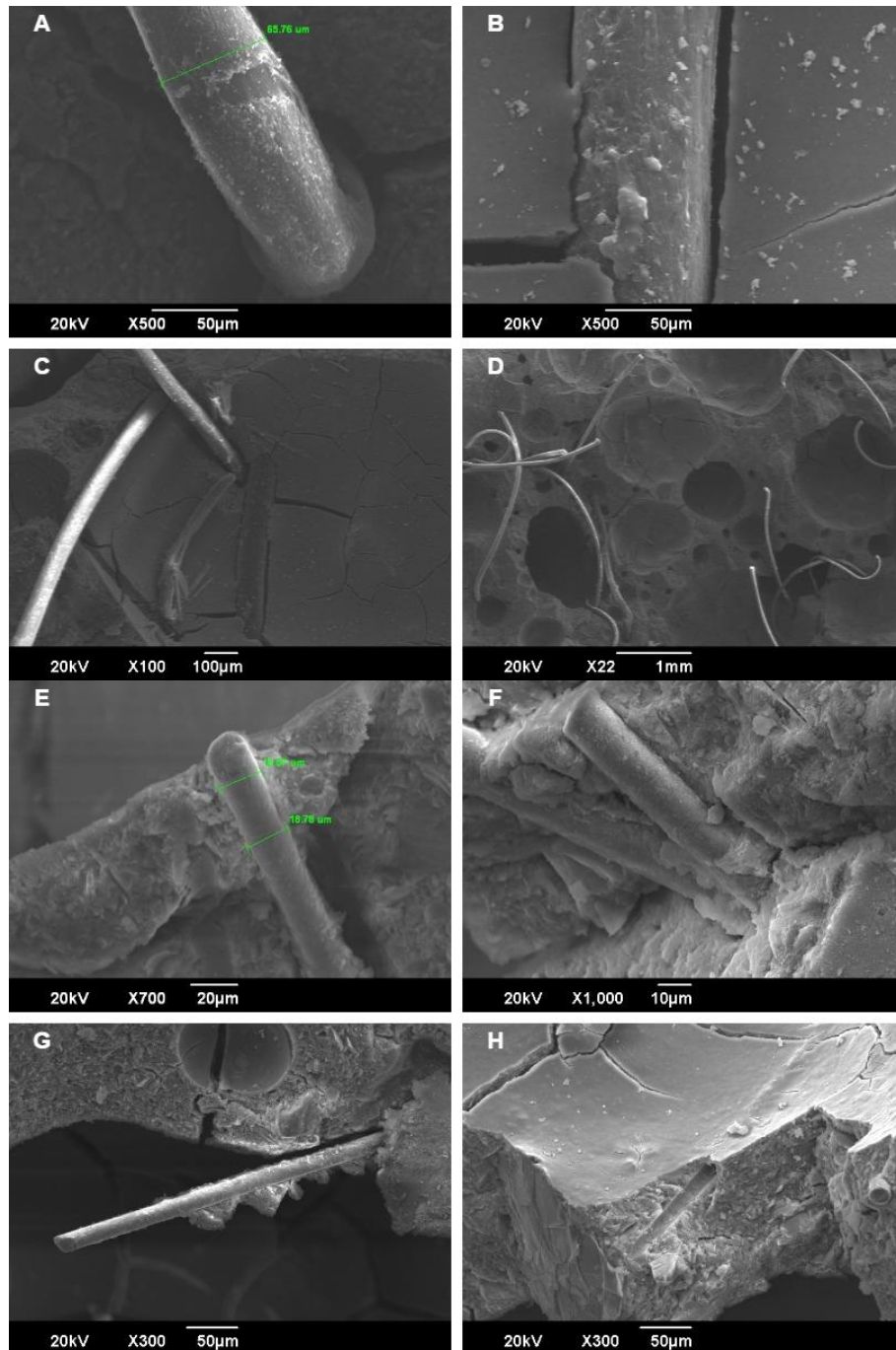
#### 4.5 ANÁLISE MORFOLÓGICA

A Figura 33 mostra os aspectos morfológicos dos compósitos GPs com diferentes teores de agente espumante e fibras. Nota-se uma diferença volumétrica das fibras (ampliação da imagem, Fig.33e). Na de fibra de vidro o diâmetro médio é aproximadamente 18  $\mu\text{m}$ , enquanto para a FP tem-se um diâmetro próximo a 50  $\mu\text{m}$  (Fig.33a). Esta diferença volumétrica é mais perceptível no estado fresco do que no estado endurecido, pois houve dificuldade para moldar os corpos de prova com teores de fibra superiores a 3% de FP. Outro ponto observado está na aderência da fibra na matriz. As imagens foram realizadas em área fraturada após os ensaios de resistência à flexão. É possível observar algumas trincas, principalmente na região dos poros e algumas fibras quebradas ou arrancadas da matriz (Fig.33h; Fig.33b). No grupo FP

(Figuras 33a-d) foi observado um alongamento nas fibras pós tração, característico deste tipo de fibra. Também foram observadas fibras já fadigadas na Figura 33d, mostrando que, com o aumento tensão as fibras foram alongadas até se separarem da matriz, retornando a sua forma desorientada. Com o aumento da tensão, as fibras de vidro sofreram ruptura ou foram arrancadas da matriz (Fig.33h). Observa-se para o grupo FV (Fig.33f e Fig.33g) a deposição de matriz geopolimérica sobre as fibras, resultando em uma boa ligação entre a FV e a matriz do geopolímero. Além disso, segundo Yan et al. (2020), pode ocorrer uma reação de interface entre os grupos funcionais contendo oxigênio na superfície dos reforços e na matriz, o que é benéfico para a melhora das propriedades mecânicas das espumas.

Na Figura 34 é mostrada a análise por EDS, com auxílio de imagens por MEV. No primeiro quadro (Fig.34a) uma área foi destacada na matriz geopolimérica do grupo de referência. É possível observar que os elementos químicos detectados são característicos de um material contendo Si, Al e Na em sua composição, assim como em geopolímeros de metacaulim ativados por álcalis contendo Na. No segundo quadro (Fig.34b) são mostrados diversos pontos utilizados para caracterizar os materiais constituintes pela análise por EDS. Na fibra de PP foi detectado o elemento carbono, característico em polímeros. Também foi detectado na matriz geopolimérica o lado da fibra, porém não foi observada a presença de matriz geopolimérica na FP, o que evidencia a falta de aderência entre a matriz e o reforço. No terceiro quadro (Fig.34c) foram detectados dois materiais distintos sobre a FV, no primeiro ponto foi detectada a presença de Si, Al e Na, indicando ser a matriz geopolimérica. No segundo ponto foram encontrados os elementos Ca, Al, Si, Mg, Na O, e C. Estes elementos são característicos em materiais cerâmicos como o vidro, indicando então que pode ter ocorrido aderência do material geopolimérico sobre a fibra de vidro.

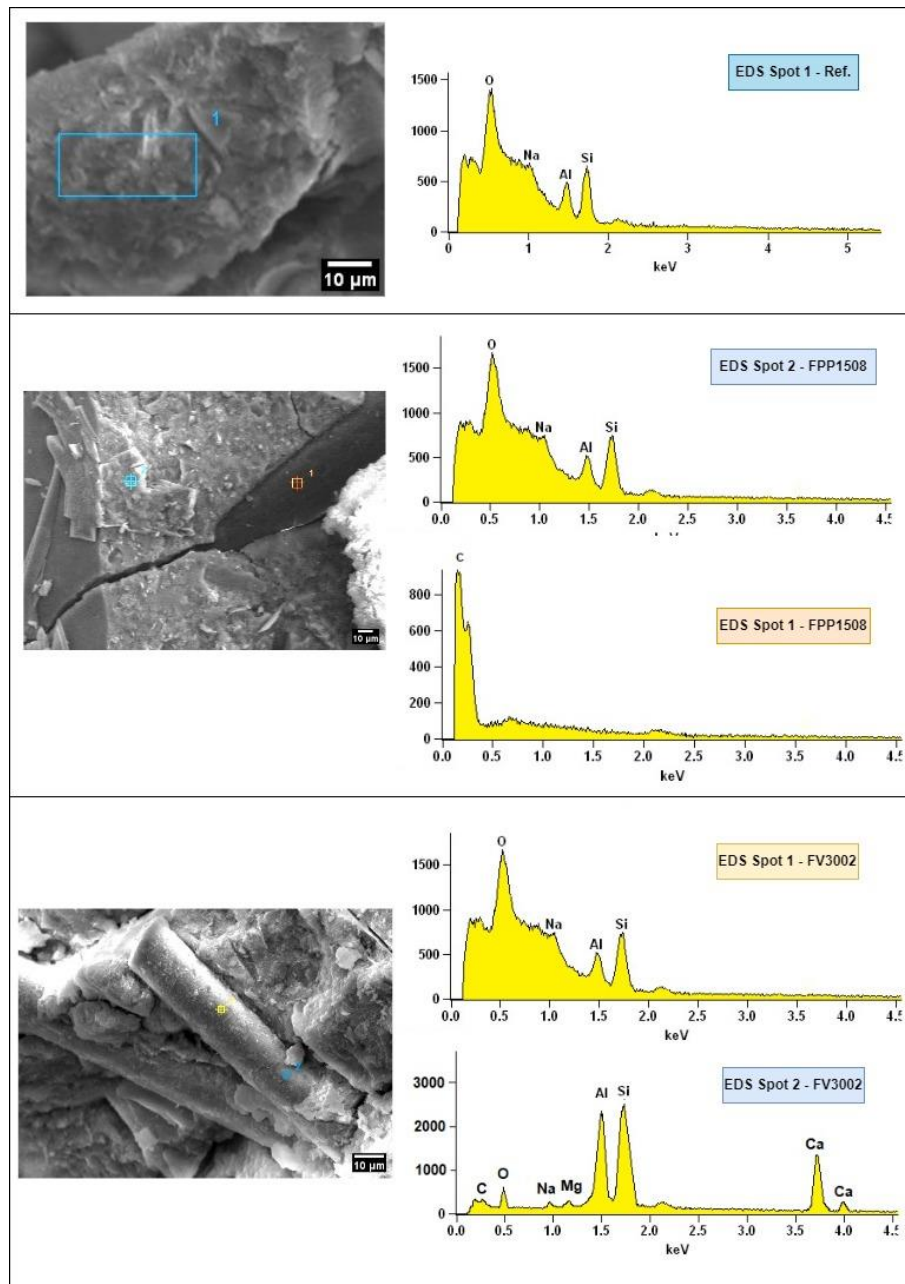
Figura 33. Imagens obtidas por microscópio eletrônico de varredura.



Legenda: tipo (A-B-C-D) Fibra de PP, (E-F-G-H) Fibra de vidro

Fonte: Autor (2023)

Figura 34. Análise por EDS de: (A) REF, (B) FP1508, (C)FV3002



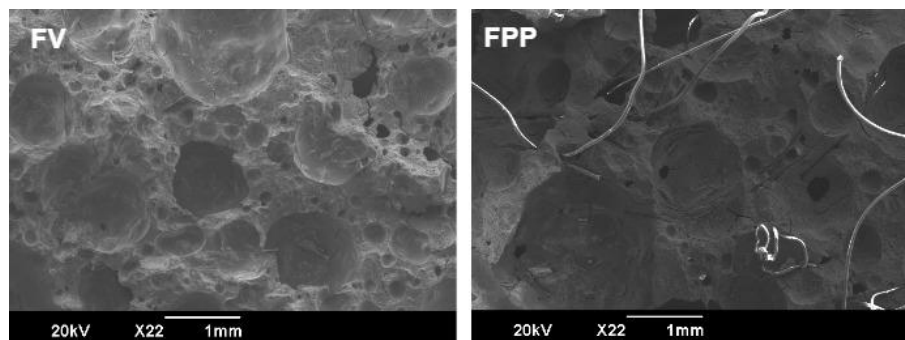
Fonte: Autor (2023)

Ainda neste contexto, foi observada (Figura 35) uma característica distinta entre os grupos, a dispersão das fibras na matriz acontece de forma diferente. Na matriz com FV (Fig.35a) os poros tendem a deslocar as fibras para sua extremidade, formando poros maiores. No grupo FP (Fig.35b) as fibras dispersam-se mais de forma aleatória, entrando mais nos poros, fazendo com que os poros aumentem em quantidade, reduzindo o seu tamanho. Este comportamento também foi observado por Yan et al. (2020), para um compósito geopolimérico poroso com nanotubo de

carbono, e também observado no trabalho de Senff et al. (2020) para um compósito geopolimérico aerado por pó de alumínio e reforçado com resíduo de fibra de vidro.

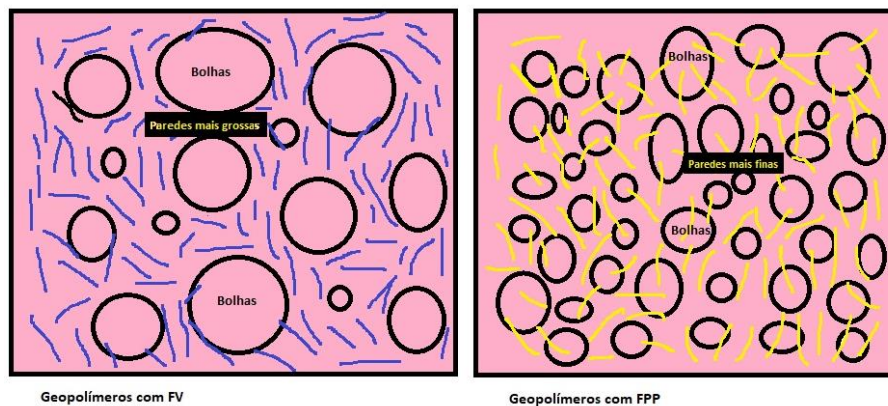
Na Figura 35 são mostradas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, e na Figura 36 uma ilustração do mecanismo de dispersão das fibras na matriz porosa.

Figura 35. Análise da dispersão das fibras na matriz com auxílio do MEV: (a) FV3002; (b) FP3002



Fonte: Autor (2023)

Figura 36. Dispersão ilustrada das fibras na matriz



Fonte: Autor (2023)

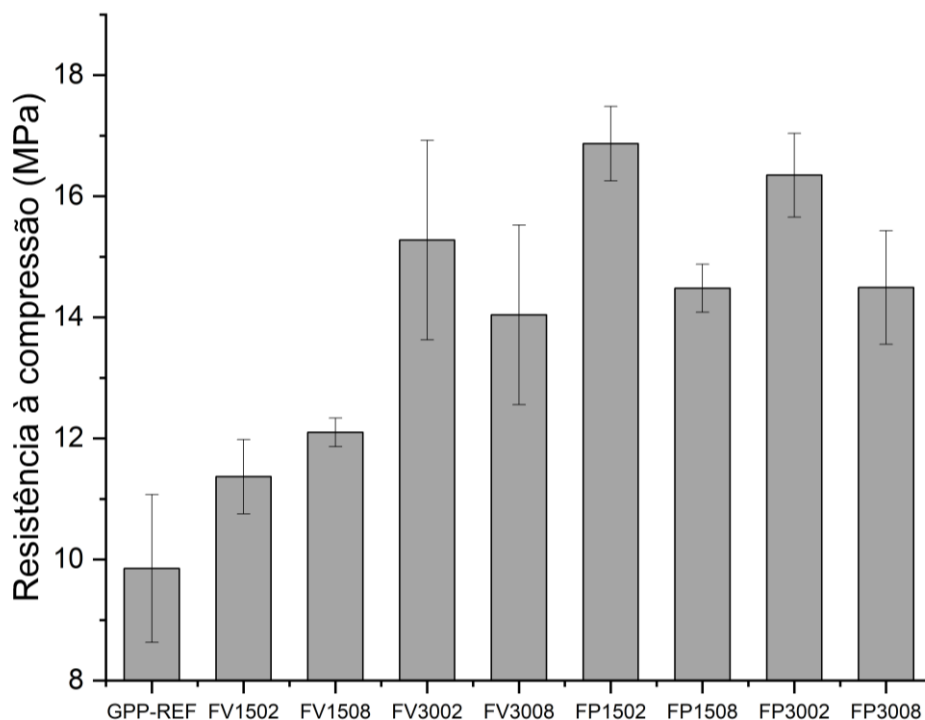
Yan et al. (2020) relataram em seu trabalho a forma de dispersão das fibras. Segundo os autores, algumas fibras não se dispersam adequadamente em meio aquoso, pois neste meio as forças de van der Waals causam a aglomeração das fibras. Neste trabalho as fibras foram previamente dispersas no pó de metacaulim. O polipropileno (que são moléculas de C-H) apresenta baixa molhabilidade e não tem compatibilidade com a matriz cimentícia (que é  $\text{SiO}_2$  e  $\text{CaO}$  hidratada). Desta forma, pode-se concluir que as fibras de vidro (majoritariamente  $\text{SiO}_2$ ) foram envoltas pelo matriz cimentícia ou ficaram mais concentradas na área entre os poros, por terem

compatibilidade química com a matriz cimentícia. Já o polipropileno, por não ter aderido da mesma forma à matriz cimentícia, teve dispersão mais aleatória, o que resultou na formação de mais poros dentro da matriz.

#### 4.6 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Os valores de resistência à compressão para as várias argamassas são apresentados na Figura 37. Como esperado, as composições com aditivos apresentaram resistência mecânica superior ao traço de referência, com comportamento semelhante ao encontrado na análise de densidade dos geopolímeros, sendo a resistência à compressão uma função da variação da porosidade do material.

Figura 37. Resistência à compressão das amostras aos 28 dias



Fonte: Autor (2023)

Em comparação com a argamassa de referência, todos os demais grupos apresentaram resistência à compressão superior, mostrando que tanto a fibra como o surfactante foram significativos para o aumento nesta propriedade mecânica. No grupo FV a adição de 3% de fibra se mostra mais eficiente para o aumento da

resistência. No grupo FPP o aumento no teor de fibra mantendo-se o teor de surfactante pouco variou a resistência mecânica, sendo que para o teor de 0,2% de surfactante a resistência à compressão atingiu 16,87 MPa, um acréscimo de 71,26% em relação à argamassa de referência. Como a adição de surfactante foi significativa para o aumento na porosidade, pode-se afirmar que no grupo FPP a adição de fibras aumenta sua resistência à compressão, porém em combinação com a adição de surfactante a RC pode ser ainda maior.

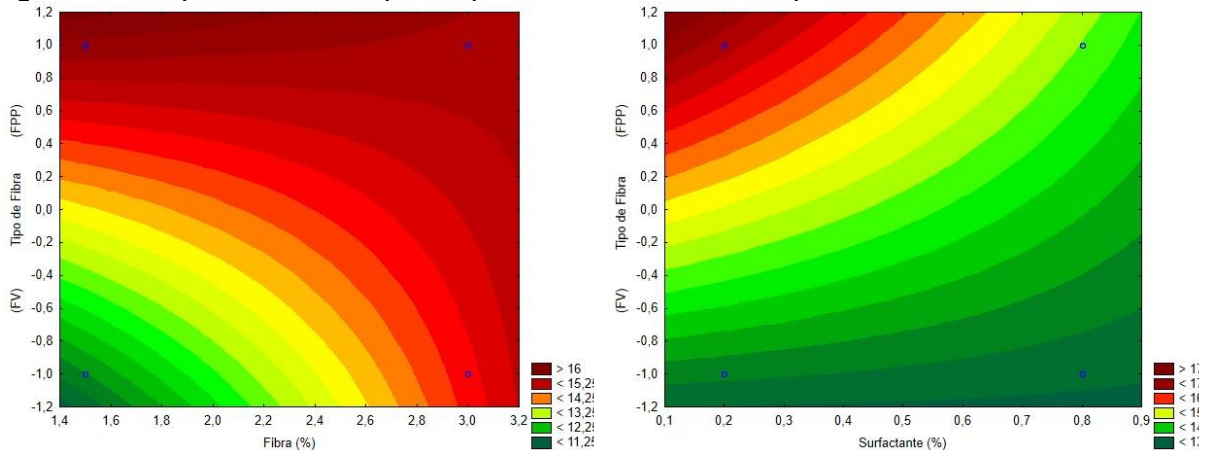
A aplicação da metodologia de superfície de resposta confirmou que os valores dos coeficientes quadráticos do modelo de regressão para resistência à compressão são maiores para o surfactante no grupo FPP, e maiores para o percentual de fibra no grupo FV, indicando que esta propriedade da argamassa sofre influência significativa do tipo de fibra (Tabela 14 e Figura 38).

Tabela 14. ANOVA para a resistência à compressão

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	10,69152	1	10,69152	11,80561	0,003393
(2) Surfactante (%)	8,45695	1	8,45695	9,33819	0,007546
(3) Tipo de fibra	33,18704	1	33,18704	36,64522	0,000017
1 e 2	0,77119	1	0,77119	0,85155	0,369822
1 e 3	15,15806	1	15,15806	16,73758	0,000852
2 e 3	5,24408	1	5,24408	5,79053	0,028556
1*2*3	2,34991	1	2,34991	2,59478	0,126765
Erro	14,49009	16	0,90563		
Total SS	90,34884	23			

Fonte: Autor (2023)

Figura 38. Superfície de resposta para resistência à compressão



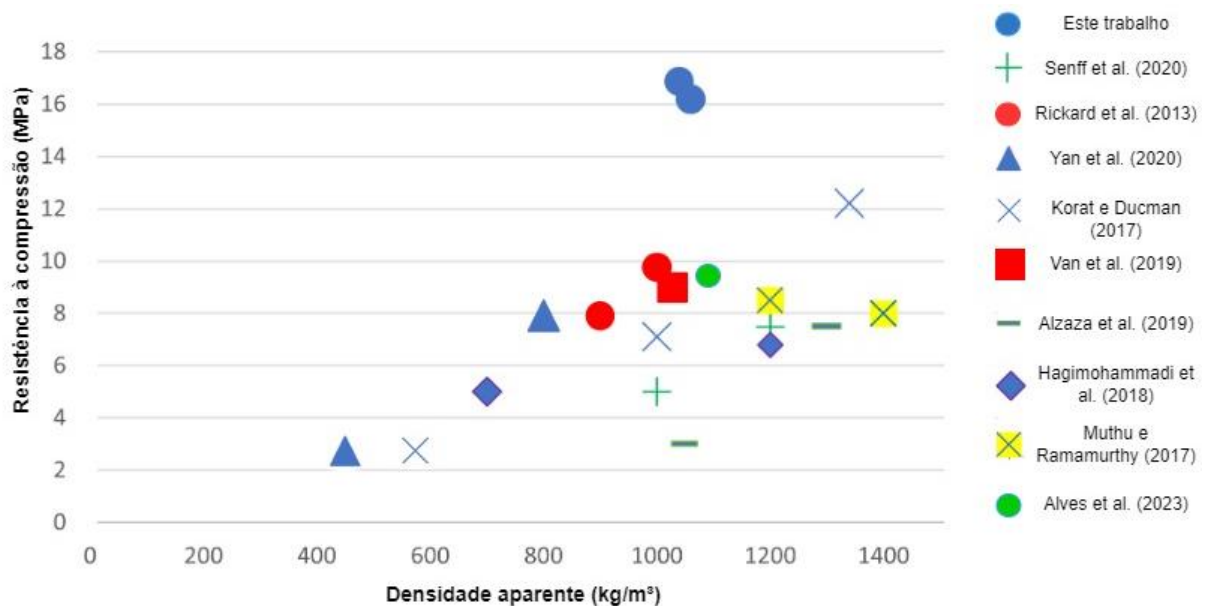
Fonte: Autor (2023)

No trabalho de Senff et al. (2020), as argamassas com densidade aparente de 1000 kg/m<sup>3</sup> apresentaram resistência à compressão menores que 5 Mpa. Neste trabalho, para densidade semelhante a resistência à compressão foi superior a 14 MPa, mostrando uma boa eficiência deste compósito quanto a esta propriedade mecânica.

Em um trabalho anterior, Alves et al. (2023) para o mesmo teor de agente porogênico (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) obtiveram resistência à compressão de 9,85 MPa para uma argamassa geopolimérica à base de metacaulim. Este valor foi considerado satisfatório por estes autores por se tratar de um material com porosidade superior a 50%. O aumento na resistência mecânica deste trabalho em relação ao trabalho de Alves *et al.* (2023) pode estar relacionado à combinação da incorporação de fibras, que auxilia tanto na retração inicial dos geopolímeros, quanto a combinação dos surfactantes com agente porogênico que fez criar poros mais homogêneos, auxiliando na distribuição uniforme das tensões de compressão no corpo de prova.

Na Figura 39 é apresentado um gráfico que correlaciona a resistência à compressão pela densidade aparente de vários autores. Apesar dos trabalhos comparados terem agentes formadores de poros diferentes, assim como outros constituintes, todos tratam de geopolímeros considerados leves ou com densidade aparente ajustada, o que serve para correlacionar todos os trabalhos.

Figura 39. Comparativo entre trabalhos avaliando resistência à compressão × densidade

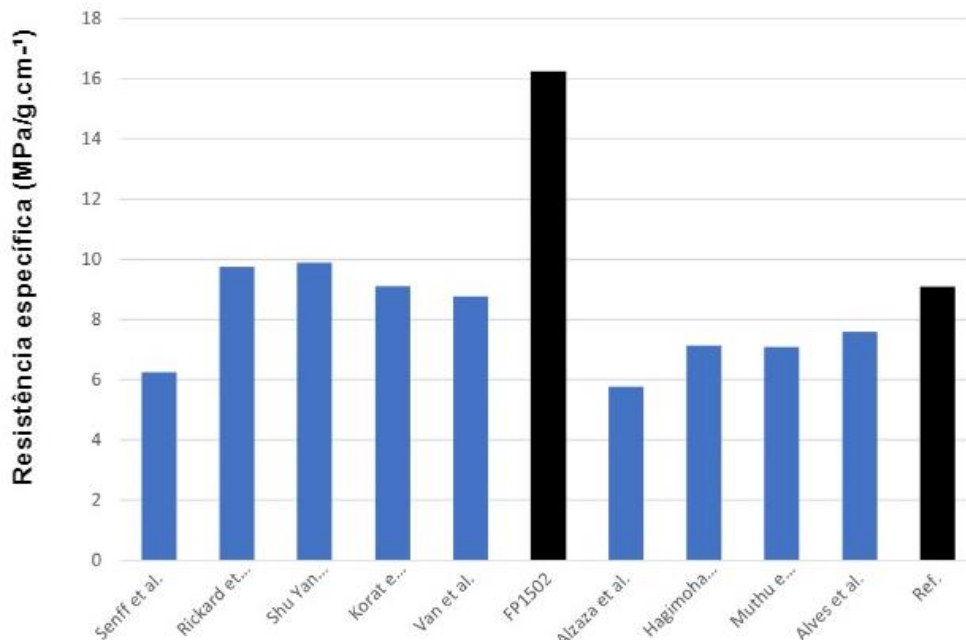


Fonte: ALVES et al., 2023; ALZAZA et al., 2019; HAJIMOHAMMADI; NGO; KASHANI, 2018; KORAT; DUCMAN, 2017; LE, 2019; MUTHU KUMAR; RAMAMURTHY, 2017; RICKARD; VICKERS; VAN RIESSEN, 2013; SENFF et al., 2020; YAN et al., 2020<sup>a</sup>

É possível observar que para densidade aparente de 1000 kg/m<sup>3</sup> nenhum dos trabalhos conseguiu atingir resistência à compressão superior a 10 Mpa, e que a maior resistência à compressão atingida por um geopolímero leve anterior a este trabalho foi de 12,2 MPa para uma densidade aparente de 1340 kg/m<sup>3</sup> (Korat e Ducman, 2017).

Outro ponto que pode ser avaliado é a resistência específica (Fig. 40), que correlaciona a tensão suportada pelo material com a sua densidade aparente. A amostra de referência, sem adição de fibra ou aditivo surfactante, resultou em uma resistência específica de 9,08 MPa/g.cm<sup>-1</sup>, ligeiramente superior ao trabalho anterior de Alves et al. (2023) que obteve 7,85 MPa/g.cm<sup>-1</sup>. A amostra FP1502 atingiu 16,22 MPa/g.cm<sup>-1</sup>, o que mostra o diferencial deste trabalho, que foi superior para esta propriedade em relação aos demais trabalhos comparados.

Figura 40. Resistência específica das argamassas geopoliméricas porosas



Fonte: ALVES et al., 2023; ALZAZA et al., 2019; HAJIMOHAMMADI; NGO; KASHANI, 2018; KORAT; DUCMAN, 2017; LE, 2019; MUTHU KUMAR; RAMAMURTHY, 2017; RICKARD; VICKERS; VAN RIESSEN, 2013; SENFF et al., 2020; YAN et al., 2020<sup>a</sup>

Como já citado anteriormente, a densidade aparente das amostras é fator preponderante no comportamento mecânico dos materiais porosos. Logo, pode-se

verificar na Figura 40 que a adição do surfactante em dose controlada (aqui 0,2%) aliada ao efeito da adição de fibra contribuiu de forma significativa para o desenvolvimento de uma argamassa leve, mas com uma resistência à compressão acima da média para esta classe de material.

#### 4.7 MÓDULO DE ELASTICIDADE

O módulo de elasticidade é apresentado na Figura 41. Em geral as fibras de polipropileno apresentaram valores superiores às fibras de vidro, com destaque para a amostra FP3002, que apresentou um aumento de 79,65% em relação à amostra de referência. No grupo FV, para adição de 1,5% de fibra, a variação no teor de surfactante não contribuiu para o aumento do módulo. Com 3% de FV, o módulo aumentou de 8,24 GPa para 9,58 GPa. Vale destacar também que adição de 0,2% de surfactante contribuiu mais para o aumento do módulo dinâmico do que a adição de 0,8% de surfactante. A ANOVA (Tabela 15) para esta propriedade mostrou que as combinações de tipo de fibra, teor de surfactante e teor de fibra foram significativas para variação dos resultados, mostrando que as adições foram efetivas para esta propriedade.

Figura 41. Módulo de elasticidade dinâmico das amostras

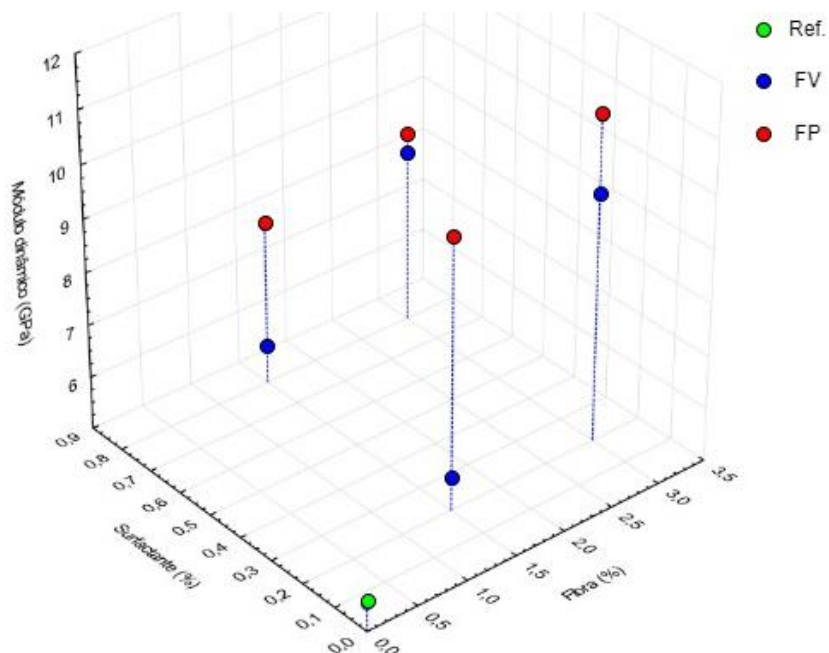


Tabela 15. ANOVA para o módulo de elasticidade

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	25,97920	1	25,97920	223,1092	0,000000
(2) Surfactante (%)	12,16950	1	12,16950	104,5116	0,000000
(3) Tipo de fibra	31,90120	1	31,90120	273,9673	0,000000
1 e 2	2,71354	1	2,71354	23,3038	0,000186
1 e 3	7,42594	1	7,42594	63,7739	0,000001
2 e 3	3,29300	1	3,29300	28,2803	0,000069
1*2*3	0,00094	1	0,00094	0,0081	0,929616
Erro	1,86307	16	0,11644		
Total SS	85,34640	23			

Fonte: Autor (2023)

Vale destacar também que os resultados obtidos neste ensaio seguiram a mesma tendência dos resultados obtidos com o ensaio de resistência à compressão, indicando que o material é relativamente homogêneo e isotrópico em termos de sua resposta mecânica a forças aplicadas.

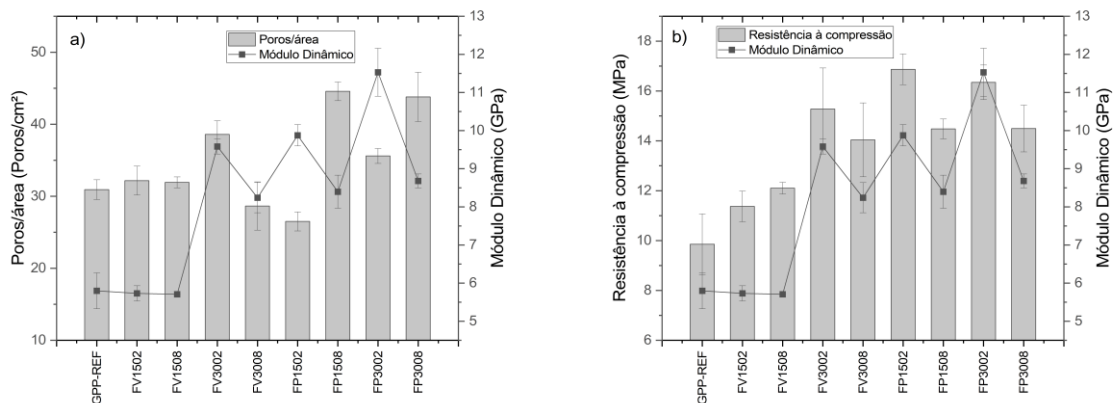
Como era esperado, e também conforme Bai e Colombo (2018), em materiais cerâmicos porosos o módulo de elasticidade é geralmente menor em comparação com cerâmicas densas devido à presença de poros que interrompem a continuidade da estrutura e reduzem a capacidade do material de resistir a deformações elásticas. A relação entre porosidade, tamanho e distribuição de poros influencia a magnitude da diminuição do módulo de elasticidade.

Como neste trabalho a porosidade teve pouca variação, tópico já discutido anteriormente, na maioria dos grupos a porosidade aumenta e conseqüentemente o módulo dinâmico diminui. Por exemplo o grupo FP, com 3% de fibra teve um aumento de porosidade de 51,24% para 53,11% com o acréscimo no teor de surfactante, o que resultou em uma redução no módulo de 11,53 GPa para 8,68 GPa.

Da mesma forma pode-se verificar na Figura 42a que no grupo FP quando o número de poros por área aumenta, e seu tamanho médio diminui, o módulo diminui, assim como a resistência à compressão diminui (Fig. 42b). No grupo FV vale destacar que para adição de 1,5% de fibra não há alteração significativa em relação ao grupo de referência. Para este grupo a área de poros também teve pouca variação (32,16 para 31,91 poros/cm<sup>2</sup>). Com o aumento no teor de FV para 3,0% o módulo é reduzido com o aumento no teor de surfactante, assim como a quantidade de poros por área, o que indica que a combinação de fibra FV com surfactante apresenta resultados mais

satisfatórios para adição de 0,2% de surfactante. A adição deste teor de surfactante também apresentou melhores resultados no grupo FV para o módulo dinâmico e resistência à compressão.

Figura 42. Comparativo entre módulo, RC e poros por área



Fonte: Autor (2023)

Em trabalho anterior Alves et al. (2023) obtiveram um módulo dinâmico de 5 GPa para um teor de 0,8% de peróxido de hidrogênio. Neste trabalho o traço de referência resultou em módulo semelhante de 5,79 GPa. Porém, para as amostras com 3% de FV ou para o grupo FP os valores dos módulos foram superiores a 8 GPa, indicando uma melhor distribuição dos poros, melhorando esta propriedade.

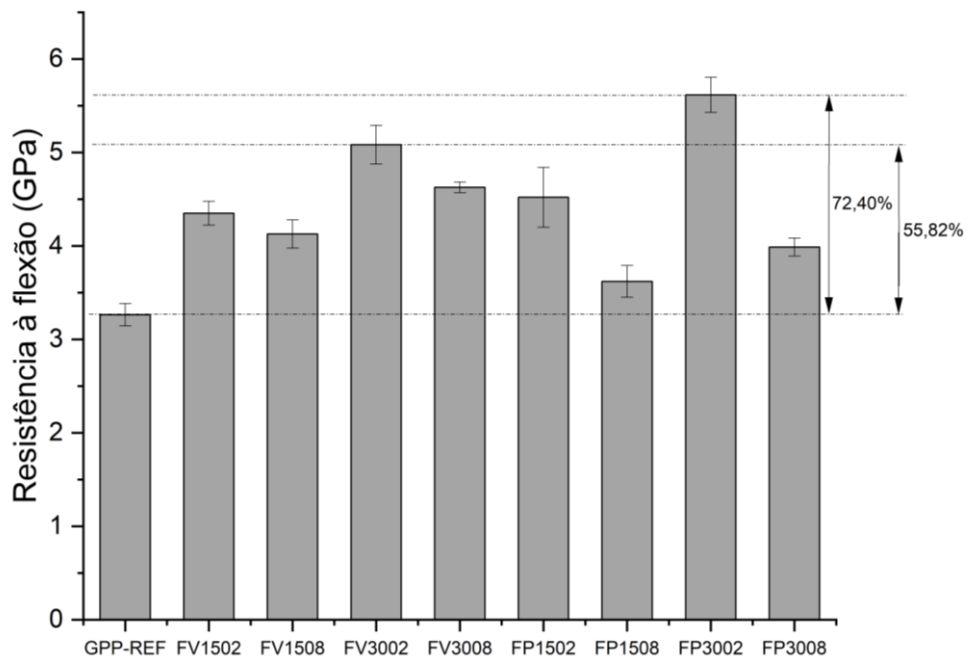
#### 4.8 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Os resultados obtidos no ensaio de resistência à flexão são apresentados na Figura 43. De modo geral, todas as amostras apresentaram resultados melhores quando comparadas com o traço de referência. Em relação ao incremento de surfactante, o aumento no teor de aditivo resulta em um decréscimo na resistência à flexão. Por exemplo, resistência à flexão para o grupo FP3008 foi de 3,99 MPa, enquanto para o grupo FP 3002 foi de 5,62 MPa, uma diferença de 40,85%. Mesmo para a amostra FP1508, com o menor valor médio de 3,62 MPa, este valor foi 11,04% maior em relação à amostra de referência.

Em relação ao percentual de fibra, a adição de 3% de fibra teve melhores resultados em comparação ao mesmo tipo de fibra e mesmo teor de surfactante, mostrando que a fibra contribuiu de forma significativa para a melhoria desta

propriedade. A amostra FV3002 teve um aumento de 16,78% em relação à amostra FV1502, e a amostra FP3002 teve um aumento de 21,42% em relação à amostra FP1502.

Figura 43. Resistência à flexão das amostras



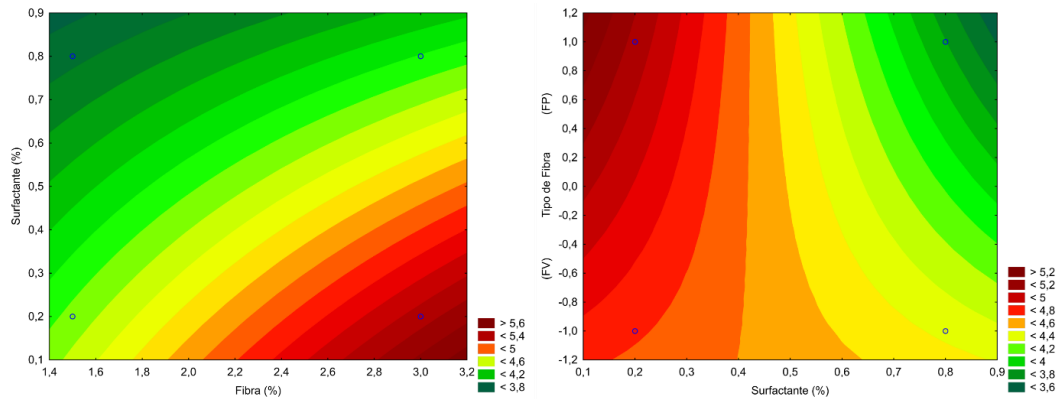
Fonte: Autor (2023)

Como resultado deste aumento na resistência, ainda é possível verificar que com o incremento de 3% de fibra foi possível um aumento na resistência mecânica (RF) de 72,40% (FP) e 55,82% (FV) em relação ao traço de referência sem a adição de fibra.

A análise estatística (Figura 44 e Tabela 16) mostrou que o tipo de fibra não apresenta alteração significativa sobre esta propriedade, sendo então as alterações significativas sendo influenciadas pelo teor de fibra e teor de surfactante.

Em termos percentuais, os valores obtidos neste trabalho foram semelhantes ao trabalho de (Senff *et al.*, 2020), quem também obtiveram um incremento de 40% na resistência à flexão em argamassa geopolimérica aerada por pó de alumínio e reforçada por FV. Porém, na ocasião obtiveram uma resistência máxima em torno de 2 MPa para uma densidade aparente equivalente, obtida com a adição de 0,2% de pó de alumínio.

Figura 44. Superfície de resposta para Resistência à Flexão.



Fonte: Autor (2023)

Tabela 16. ANOVA para a resistência à flexão

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	2,728353	1	2,728353	83,5508	<<0,001
(2) Surfactante (%)	3,859224	1	3,859224	118,1817	<<0,001
(3) Tipo de fibra	0,073483	1	0,073483	2,2503	0,153064
1 e 2	0,346561	1	0,346561	10,6128	0,004940
1 e 3	0,019953	1	0,019953	0,6110	0,445820
2 e 3	1,280664	1	1,280664	39,2180	0,000011
1*2*3	0,091761	1	0,091761	2,8100	0,113105
Erro	0,522480	16	0,032655		
Total SS	8,922477	23			

Fonte: Autor (2023)

Em um geopolímero leve aerado com cenosferas de cinza volante foram utilizados nanotubos de carbono de paredes múltiplas combinadas com fibra de PVA como material de reforço (Cheng *et al.*, 2022). Neste trabalho, os autores atingiram 10,08 MPa de resistência à flexão, um ganho de 208,57% em relação ao traço de referência. Porém esta resistência à flexão foi obtida quando a densidade aparente era de 1385 kg/m<sup>3</sup>, ou seja, um material mais denso.

No trabalho de Le (2019), foi desenvolvido um geopolímero de metacaulim e cinza volante aerado por pó de alumínio e reforçado por fibra de basalto. No melhor resultado foi obtida uma resistência à flexão de 2,9 MPa quando a densidade era em torno de 730 kg/m<sup>3</sup>. Há poucos trabalhos que avaliaram esta propriedade em materiais fibrosos e porosos, dificultando a comparação em mesma escala. Para melhor compreensão dos resultados obtidos neste trabalho, a análise da relação entre resistência à flexão e resistência à compressão poderia indicar a proporcionalidade

entre esses valores pois, conforme já relatado anteriormente, a adição de fibras pode aumentar a resistência à flexão, porém reduzir a resistência à compressão.

Na Tabela 17 são apresentados os valores obtidos neste trabalho e algumas referências da literatura. Como pode ser visto, os resultados aqui obtidos demonstram de certa forma uma semelhança com os demais trabalhos citados na Tabela 17, ficando no intervalo entre 0,24-0,50.

Tabela 17. Relação entre resistência à compressão e à flexão

Autores	Resistência à compressão	Resistência à Flexão	RF/RC
Senff <i>et al.</i>	5	1,2	0,24
Senff <i>et al.</i>	7,5	2,3	0,306667
Korat e Ducman	12,2	3,1	0,254098
Korat e Ducman	2,6	2,9	1,115385
Van <i>et al.</i>	8	2,9	0,3625
Van <i>et al.</i>	9	2,9	0,322222
Alzaza <i>et al.</i>	3	5,5	1,833333
Alzaza <i>et al.</i>	7,5	4	0,533333
<b>FP1502</b>	<b>16,87</b>	<b>4,52</b>	<b>0,267931</b>
<b>FP3002</b>	<b>16,34</b>	<b>5,61</b>	<b>0,343329</b>
<b>Ref.</b>	<b>9,85</b>	<b>3,26</b>	<b>0,330964</b>

Fonte: (Alzaza *et al.*, 2019; Korat e Ducman, 2017; Le, 2019; Senff *et al.*, 2010)

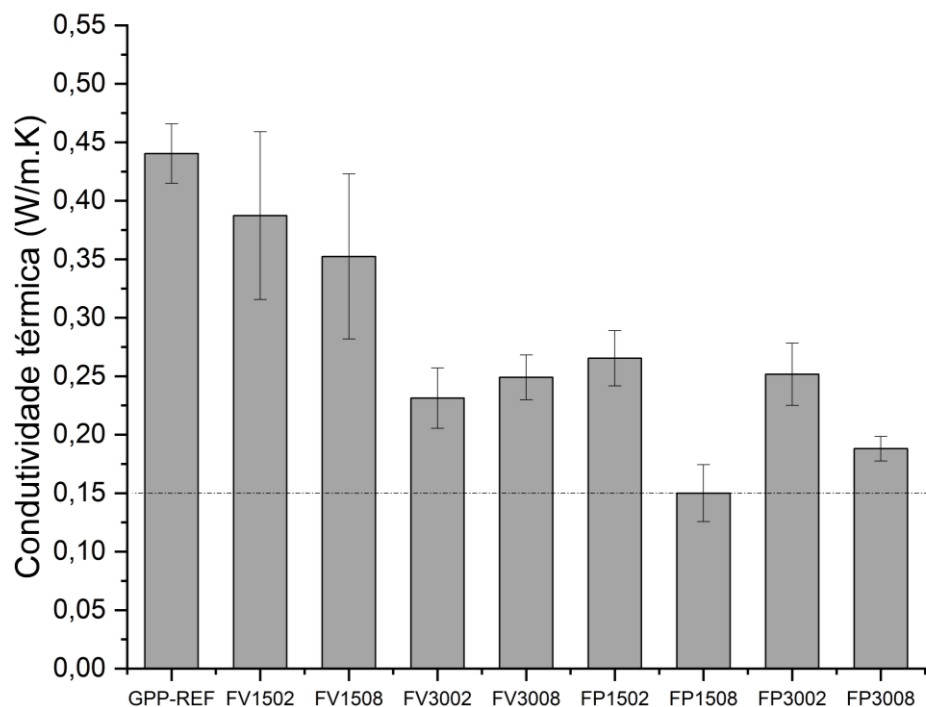
Vale destacar também que nos trabalhos de Alzaza et al. (2019) e Korat e Ducman (2017) foi relatada uma redução significativa na resistência à compressão em certas composições, levando esta relação para valores maiores que 1, significando maior resistência à flexão do que à compressão, o que nem sempre é desejado para materiais de construção.

#### 4.9 CONDUTIVIDADE TÉRMICA

A Figura 45 ilustra os valores de condutividade térmica das diversas argamassas geopoliméricas. A condutividade térmica cai de 0,44 W/m.K (referência) para 0,26 W/m.K quando 0,2% em massa de surfactante e 1,5% de FP foram adicionados às composições, diminuindo ainda mais para 0,15 W/m.K para a composição contendo 0,8% em massa de surfactante, uma redução máxima de

~193%. Esta diminuição é atribuída ao tamanho dos poros, visto que a porosidade das amostras pouco variou. O percentual de fibras no grupo FP pouco variou a condutividade térmica, sendo então ela governada pela ação do surfactante. Isto também pode ser mostrado na Tabela 18, que traz a ANOVA para este parâmetro, mostrando que o percentual de fibra combinado com o percentual de surfactante não gera alterações significativas na condutividade.

Figura 45. Condutividade térmica das amostras



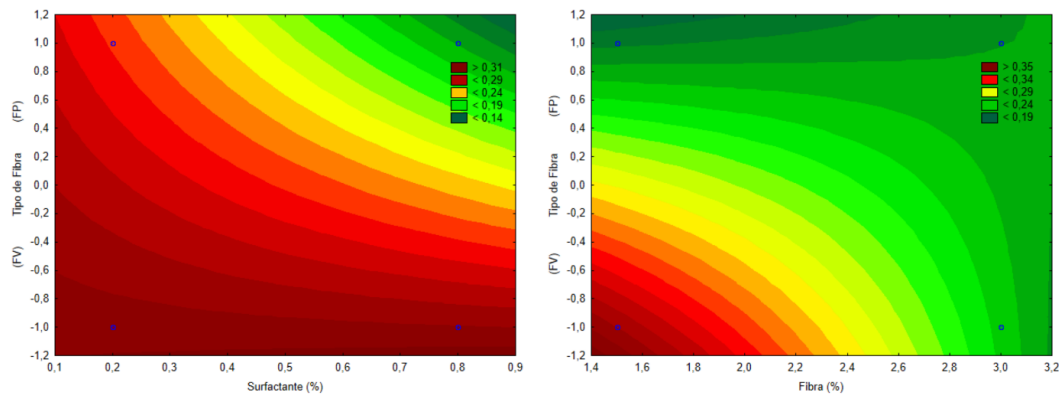
Fonte: Autor (2023)

O grupo FV mostrou melhores resultados para adição de 3% de fibra, não apresentando alteração significativa para o percentual de surfactante. Isso pode também ser avaliado pela Figura 46, que apresenta a superfície de resposta para a ação do percentual de fibra e surfactante avaliados pelo tipo de fibra. Na fibra de vidro o que interfere na condutividade térmica é o percentual de fibra, já no grupo FP o que interfere é o percentual de surfactante.

A condutividade térmica aqui relatada foi semelhante ao trabalho desenvolvido anteriormente por Senff et al. (2020), que adicionando pó de alumínio conseguiu reduzir a condutividade térmica de 0,69 W/m.K para 0,21 W/m.K quando a densidade aparente foi próxima a 1000 kg/m<sup>3</sup>. Outro trabalho a ser comparado foi o de Le (2019) que obteve para um geopolímero à base de pó de alumínio e fibra de

basalto resistência à compressão em torno de 7 MPa, enquanto a condutividade térmica e a densidade volumétrica foram significativamente reduzidas de 0,36 para 0,2 W/m.K e de 1028 para 808 kg/m<sup>3</sup>, respectivamente. São condutividade e densidade semelhantes ao deste trabalho, porém ainda com resistência mecânica menor.

Figura 46. Superfície de resposta para condutividade térmica



Fonte: Autor (2023)

Tabela 18. ANOVA para a condutividade térmica

Fator (mm)	SS	dF	MS	F	p
(1) Fibra (%)	0,022022	1	0,022022	10,06358	0,005912
(2) Surfactante (%)	0,013395	1	0,013395	6,12138	0,024937
(3) Tipo de Fibra	0,047972	1	0,047972	21,92214	0,000250
1 e 2	0,004676	1	0,004676	2,13685	0,163160
1 e 3	0,031755	1	0,031755	14,51149	0,001542
2 e 3	0,010710	1	0,010710	4,89440	0,041833
1*2*3	0,000026	1	0,000026	0,01190	0,914488
Erro	0,035013	16	0,002188		
Total SS	0,165570	23			

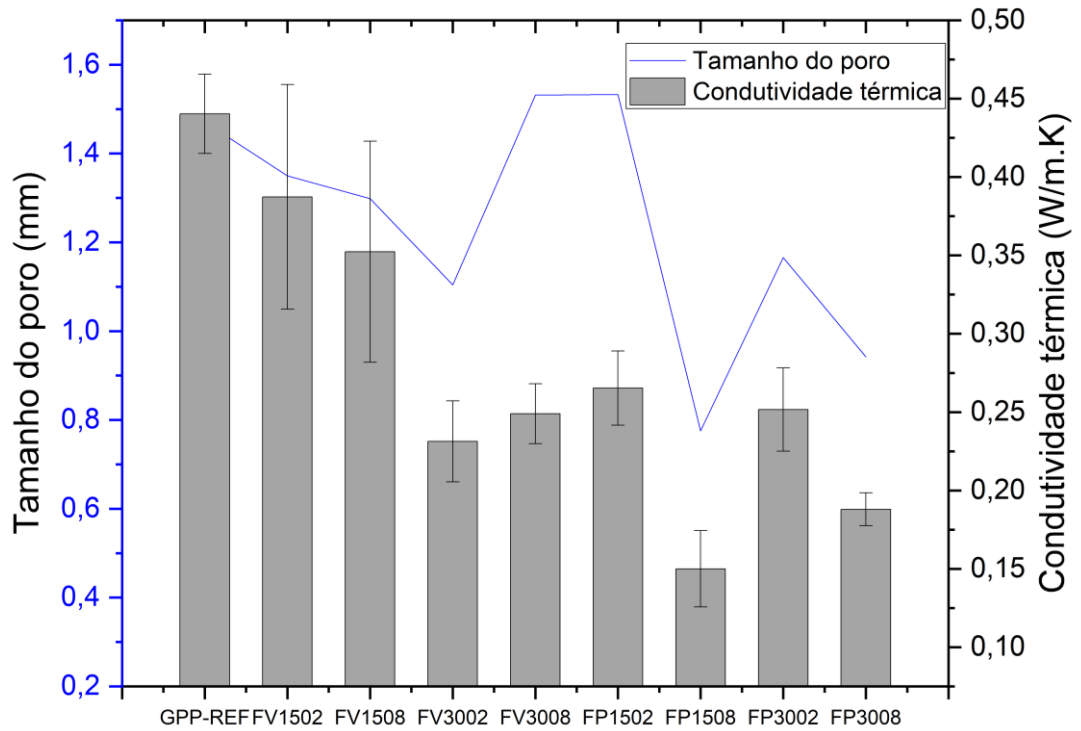
Fonte: Autor (2023)

Um significativo avanço foi obtido neste trabalho quando relacionado ao trabalho anterior de Alves et al. (2023), quando em argamassa geopolimérica sem a adição de surfactante e fibra a condutividade térmica mínima atingida foi de 0,46 W/m.K para o mesmo teor de agente porogênico. Naquela ocasião a densidade foi de ~1200 kg/m<sup>3</sup>, semelhante à deste trabalho, porém sem controle da morfologia dos poros.

Neste contexto pode-se observar pela Figura 47 que o tamanho médio dos poros tem comportamento fundamental para explicar a queda na condutividade

térmica. Quando o tamanho médio dos poros era de  $\sim 1,5$  mm a condutividade foi de  $0,44$  W/m.K. Quando o tamanho médio reduziu para em torno de  $\sim 0,8$ mm, obteve-se a menor condutividade térmica.

Figura 47. Relação entre condutividade térmica e tamanho dos poros



Fonte: Autor (2023)

## CONCLUSÃO

Esta pesquisa experimental avaliou a influência da ação combinada de peróxido de hidrogênio com o surfactante SDS como agente formadores de poros e fibra de polipropileno (FP) e fibra de vidro (FV) como agentes de reforço na produção de argamassas geopoliméricas leves. O planejamento experimental foi utilizado como ferramenta estatística para estimar o efeito combinado dos aditivos mencionados, bem como qualquer efeito interativo entre eles.

A tendência de intertravamento das fibras foi compensada pelo efeito da incorporação de ar inicial do surfactante, o que não causou resistência ao escoamento inicial da argamassa. Porém, o volume de fibras ficou limitado em 3% para FP devido ao seu volume e dificuldade para dispensar as fibras de forma homogênea. Assim o percentual de surfactante foi limitado em 0,8% por conta da piora nas propriedades mecânicas no grupo FV.

A solução do surfactante SDS desempenha papel dominante na variação das características físicas das argamassas, principalmente no tamanho dos poros. Isto se deve a alterações na estrutura interna dos poros ocasionada pela combinação com agente formador de poros. As misturas binárias mostraram que a adição de fibra induziu a uma influência moderada no desempenho máximo do agente porogênico para promover vazios na matriz. Verificou-se que a fibra de vidro é dispersa na matriz em diferentes direções e proporciona benefícios adicionais na ligação de camadas que envolvem os poros e que as fibras de polipropileno se dispersam de forma mais aleatória, com forte interação entre poros e camadas adjacentes. Como resultado, as propriedades mecânicas foram melhoradas, com ganho de até 71,3% nos valores de resistência à flexão e 72% nos valores de resistência à compressão nas argamassas contendo 0,2% em massa de surfactante.

As medições de condutividade térmica confirmaram que o surfactante é o aditivo com maior influência nesta propriedade, pois governam a forma e quantidade de poros na matriz. Os resultados mais baixos foram alcançados para a formulação FP1508 (0,15 W/m.K) e FP3008 (~0,19 W/m.K). Os valores ainda são muito inferiores à amostra REF (0,44 W/m.K).

Estes resultados demonstram que a estratégia proposta para utilização de fibras como agente de reforço para geopolímeros leves aliadas ao controle do volume

de poros com auxílio do surfactante SDS, é eficaz, pois melhora significativamente o desempenho mecânico da matriz porosa sem afetar muito as suas características de isolamento. O compromisso alcançado pode permitir a utilização destes materiais em aplicações estruturais ou como material de suporte, visto que bloco de concreto celular, que é um material concorrente utilizado, atualmente possui propriedades semelhantes quanto à condutividade térmica, porém resistência mecânica muito inferior (0,16 W/m.K e 4 MPa respectivamente) (Novais *et al.*, 2016).

A inovação deste trabalho bem como sua contribuição para a literatura atual está no ganho de eficiência térmica que este material atingiu sem prejudicar suas propriedades mecânicas, isto até então não tinha sido relatado em argamassas geopoliméricas.

Portanto, a sua utilização pode servir tanto para materiais que visam o isolamento térmico bem como para uso em paredes estruturais com baixo peso. Contudo, todos os benefícios econômicos e ambientais destas espumas em comparação com a utilização de materiais convencionais de baixa condutividade térmica deve ser demonstrada em um estudo de avaliação do ciclo de vida, e isto poderá ser considerado em trabalhos futuros.

## REFERÊNCIAS

- ABBAS, A. G. N. *et al.* A state-of-the-art review on fibre-reinforced geopolymer composites. **Construction and Building Materials**, v. 330, p. 127187, 2 maio 2022.
- ABDOLLAHNEJAD, Z. *et al.* Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam. **Construction and Building Materials**, 2015.
- ABNT NBR 7215. **Cimento Portland - Determinação da resistência**Brasil, 2019. Disponível em: <<https://www.target.com.br/produtos/normas-tecnicas/36304/nbr7215-cimento-portland-determinacao-da-resistencia-a-compressao-de-corpos-de-prova-cilindricos>>. Acesso em: 10 set. 2023
- ABNT NBR 9778. **Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**Brasil, 2005.
- ABU-JDAYIL, B. *et al.* Traditional, state-of-the-art and renewable thermal building insulation materials: An overview. **Construction and Building Materials**, v. 214, p. 709–735, jul. 2019.
- AISHEH, Y. I. A. *et al.* Influence of polypropylene and steel fibers on the mechanical properties of ultra-high-performance fiber-reinforced geopolymer concrete. **Case Studies in Construction Materials**, v. 17, p. e01234, 1 dez. 2022.
- AJOUGUIM, S. *et al.* Effect of treated Alfa fibers on hydration kinetics, mechanical, and adhesion properties of fiber cement composite. **Journal of Building Engineering**, v. 71, p. 106558, 15 jul. 2023.
- ALLOUHI, A. *et al.* Energy consumption and efficiency in buildings: current status and future trends. **Journal of Cleaner Production**, v. 109, p. 118–130, dez. 2015.
- AL-MASHHADANI, M. M. *et al.* Mechanical and microstructural characterization of fiber reinforced fly ash based geopolymer composites. **Construction and Building Materials**, v. 167, p. 505–513, 10 abr. 2018.
- ALVES, C. *et al.* Effect of Hydrogen Peroxide on the Thermal and Mechanical Properties of Lightweight Geopolymer Mortar Panels. **Minerals**, v. 13, n. 4, p. 542, 12 abr. 2023.
- Alves, C. *et al.* **EFEITO DA ADIÇÃO DE FIBRA DE POLIPROPILENO EM GEOPOLIMERO DE METACAULIM**: ISSN: 2526-4044. Tubarão: 2019.
- ALZAZA, A. *et al.* Production of Lightweight Alkali Activated Mortars Using Mineral Wools. **Materials 2019, Vol. 12, Page 1695**, v. 12, n. 10, p. 1695, 24 maio 2019.

- ASRANI, N. P. *et al.* A feasibility of enhancing the impact resistance of hybrid fibrous geopolymer composites: Experiments and modelling. **Construction and Building Materials**, v. 203, p. 56–68, abr. 2019.
- ASTM C230. **Standard Specification for Flow Table for Use in Tests of Hydraulic Cement** United States, 2023.
- ASTM C348. **Standard Test Method for Flexural Strength of Hydraulic-Cement Mortars** United States, 2021.
- ASTM E1876-22. **Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration** United States, 2022.
- ATSM D 7348-07. **Standard Test Methods for Loss on Ignition (LOI) of Solid Combustion Residues** United States, 2010.
- BAI, C. *et al.* High strength metakaolin-based geopolymer foams with variable macroporous structure. **Journal of the European Ceramic Society**, 2016.
- \_\_\_\_\_. High-porosity geopolymer foams with tailored porosity for thermal insulation and wastewater treatment. **Journal of Materials Research**, v. 32, n. 17, p. 3251–3259, 14 set. 2017.
- BAI, C.; COLOMBO, P. **Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A review** **Ceramics International** Elsevier Ltd, , 1 out. 2018.
- BERNAL, S. *et al.* Performance of an alkali-activated slag concrete reinforced with steel fibers. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 2, p. 208–214, fev. 2010.
- CHEN, X. *et al.* Mechanical properties and microstructure of metakaolin-based geopolymer compound-modified by polyacrylic emulsion and polypropylene fibers. **Construction and Building Materials**, v. 190, p. 680–690, 2018.
- CHENG, Z. *et al.* Multi-scale reinforcement of multi-walled carbon nanotubes / polyvinyl alcohol fibers on lightweight engineered geopolymer composites. **Journal of Building Engineering**, v. 57, p. 104889, 1 out. 2022.
- DAL-BÓ, A. G. *et al.* Association of anionic surfactant mixed micelles with hydrophobically modified ethyl(hydroxyethyl)cellulose. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 380, n. 1–3, p. 100–106, 5 maio 2011.
- DAVIDOVITS, J. Geopolymers. **Journal of Thermal Analysis**, v. 37, n. 8, p. 1633–1656, ago. 1991.

- DEMBOVSKA, L. *et al.* The use of different by-products in the production of lightweight alkali activated building materials. **Construction and Building Materials**, v. 135, p. 315–322, 15 mar. 2017.
- DEVENTER, J. S. J. VAN; PROVIS, J. L.; DUXSON, P. Technical and commercial progress in the adoption of geopolymer cement. **Minerals Engineering**, v. 29, p. 89–104, mar. 2012.
- DHASINDRAKRISHNA, K. *et al.* Effect of yield stress development on the foam-stability of aerated geopolymer concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 138, p. 106233, dez. 2020.
- DUXSON, P. *et al.* Geopolymer technology: the current state of the art. **Journal of Materials Science**, v. 42, n. 9, p. 2917–2933, 19 maio 2007.
- ETTAHIRI, Y. *et al.* A state-of-the-art review of recent advances in porous geopolymer: Applications in adsorption of inorganic and organic contaminants in water. **Construction and Building Materials**, v. 395, p. 132269, 1 set. 2023.
- FAMEAU, A. L.; SALONEN, A. **Effect of particles and aggregated structures on the foam stability and aging** *Comptes Rendus Physique* Elsevier Masson SAS, , out. 2014.
- FARHAN, K. Z.; JOHARI, M. A. M.; DEMIRBOĞA, R. **Impact of fiber reinforcements on properties of geopolymer composites: A review** *Journal of Building Engineering* Elsevier Ltd, , 1 dez. 2021. . Acesso em: 30 jun. 2021
- FENG, J. *et al.* Development of porous fly ash-based geopolymer with low thermal conductivity. **Materials & Design (1980-2015)**, v. 65, p. 529–533, jan. 2015.
- FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A.; CRIADO, M. Microstructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 6, p. 1204–1209, 1 jun. 2005.
- FRANK, H. P. *Fibre cements and fibre concretes*, D. J. Hannant, wiley-interscience, New York, 1978, 219 pp. **Journal of Polymer Science: Polymer Letters Edition**, v. 17, n. 7, p. 464–465, jul. 1979.
- GAO, H. *et al.* Optimization of thermal insulation performance of porous geopolymers under the guidance of thermal conductivity calculation. 2020.
- GHOLAMPOUR, A. *et al.* Mechanical and durability properties of natural fiber-reinforced geopolymers containing lead smelter slag and waste glass sand. **Construction and Building Materials**, v. 352, p. 129043, 17 out. 2022.

- HAJIMOHAMMADI, A.; NGO, T.; KASHANI, A. Sustainable one-part geopolymer foams with glass fines versus sand as aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 171, p. 223–231, 20 maio 2018.
- JAYA, N. A. *et al.* Correlation between pore structure, compressive strength and thermal conductivity of porous metakaolin geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 247, p. 118641, 30 jun. 2020.
- JIANG, L. *et al.* Correlation study between flammability and the width of organic thermal insulation materials for building exterior walls. **Energy and Buildings**, v. 82, p. 243–249, out. 2014.
- KADDAMI, A.; PITOIS, O. A physical approach towards controlling the microstructure of metakaolin-based geopolymer foams. **Cement and Concrete Research**, v. 124, p. 105807, out. 2019.
- KENNE DIFFO, B. B. *et al.* Effect of the rate of calcination of kaolin on the properties of metakaolin-based geopolymers. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 3, n. 1, p. 130–138, 1 mar. 2015.
- KLIMA, K. M. *et al.* Synergistic effect of surfactants in porous geopolymer: Tailoring pore size and pore connectivity. **Cement and Concrete Composites**, v. 134, p. 104774, 1 nov. 2022.
- KOMNITSAS, K.; ZAHARAKI, D. Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry. **Minerals Engineering**, v. 20, n. 14, p. 1261–1277, nov. 2007.
- KORAT, L.; DUCMAN, V. The influence of the stabilizing agent SDS on porosity development in alkali-activated fly-ash based foams. **Cement and Concrete Composites**, v. 80, p. 168–174, 1 jul. 2017.
- KORNIEJENKO, K. *et al.* **Mechanical Properties of Geopolymer Composites Reinforced with Natural Fibers**Procedia Engineering. **Anais...Elsevier Ltd**, jan. 2016
- LANDI, E. *et al.* Alkali-bonded ceramics with hierarchical tailored porosity. **Applied Clay Science**, v. 73, n. 1, p. 56–64, mar. 2013.
- LASSINANTTI GUALTIERI, M.; CAVALLINI, A.; ROMAGNOLI, M. Interactive powder mixture concept for the preparation of geopolymers with fine porosity. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 36, n. 10, p. 2641–2646, ago. 2016.
- LE, V. S. THERMAL CONDUCTIVITY OF REINFORCED GEOPOLYMER FOAMS. **Ceramics - Silikaty**, v. 63, n. 4, p. 365–373, 20 ago. 2019.

LÖFGREN, I. Fibre-reinforced concrete for industrial construction - A fracture mechanics approach to material testing and structural analysis. **Doktorsavhandlingar vid Chalmers Tekniska Hogskola**, n. 2378, p. 1–162, 2005.

LONGHI, M. A. *et al.* Metakaolin-based geopolymers: Relation between formulation, physicochemical properties and efflorescence formation. **Composites Part B: Engineering**, v. 182, p. 107671, fev. 2020.

MACKENZIE, K. J. D. *et al.* Were the casing stones of Senefru's Bent Pyramid in Dahshour cast or carved? **Materials Letters**, v. 65, n. 2, p. 350–352, jan. 2011.

MASI, G. *et al.* A comparison between different foaming methods for the synthesis of light weight geopolymers. **Ceramics International**, v. 40, n. 9 PART A, p. 13891–13902, nov. 2014.

MEDIA, E. A. **POZOLANICIDADE DO METACAULIM EM SISTEMAS BINÁRIOS COM CIMENTO PORTLAND E HIDRÓXIDO DE CÁLCIO**. Sao Paulo: Instituto Politecnico de São Paulo, 2011.

MEDRI, V. *et al.* Effect of metallic Si addition on polymerization degree of in situ foamed alkali-aluminosilicates. **Ceramics International**, v. 39, n. 7, p. 7657–7668, set. 2013.

MOUJOURD, Z. *et al.* Geopolymer composites reinforced with natural Fibers: A review of recent advances in processing and properties. **Construction and Building Materials**, v. 388, p. 131666, 24 jul. 2023.

MUTHU KUMAR, E.; RAMAMURTHY, K. Influence of production on the strength, density and water absorption of aerated geopolymer paste and mortar using Class F fly ash. **Construction and Building Materials**, v. 156, p. 1137–1149, 15 dez. 2017.

NAJAFI KANI, E.; ALLAHVERDI, A.; PROVIS, J. L. Efflorescence control in geopolymer binders based on natural pozzolan. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 1, p. 25–33, jan. 2012.

NATALI, A.; MANZI, S.; BIGNOZZI, M. C. Novel fiber-reinforced composite materials based on sustainable geopolymer matrix. **Procedia Engineering**, v. 21, p. 1124–1131, 2011.

NATALI MURRI, A. *et al.* Porous Geopolymer Insulating Core from a Metakaolin/Biomass Ash Composite. **Environments**, v. 4, n. 4, p. 86, 1 dez. 2017.

- NEMATOLLAHI, B.; SANJAYAN, J.; SHAIKH, F. U. A. Matrix design of strain hardening fiber reinforced engineered geopolymer composite. **Composites Part B: Engineering**, v. 89, p. 253–265, mar. 2016.
- NOVAIS, R. M. *et al.* Porous biomass fly ash-based geopolymers with tailored thermal conductivity. **Journal of Cleaner Production**, 2016.
- NOVAIS, R. M.; PULLAR, R. C.; LABRINCHA, J. A. **Geopolymer foams: An overview of recent advancements** *Progress in Materials Science* Elsevier Ltd, , abr. 2020.
- NOVAIS, R. M.; PULLAR, ROBERT. C.; LABRINCHA, J. A. Geopolymer foams: An overview of recent advancements. **Progress in Materials Science**, v. 109, n. July 2019, p. 100621, abr. 2020.
- P. KUMAR MEHTA; PAULO J. M. MONTEIRO. **CONCRETO: MICROESTRUTURA, PROPRIEDADES E MATERIAIS**. 2. ed. [s.l.] Nicole Pagan Hasparyk, 2014.
- PALMERO, P. *et al.* Geopolymer technology for application-oriented dense and lightened materials. Elaboration and characterization. **Ceramics International**, 2015.
- PETER ATKINS; JULIO DE PAULA; JAMES KEELER. **Atkins' Physical Chemistry**. 11. ed. Oxford: [s.n.].
- PETLITCKAIA, S.; POULESQUEN, A. Design of lightweight metakaolin based geopolymer foamed with hydrogen peroxide. **Ceramics International**, v. 45, n. 1, p. 1322–1330, jan. 2019.
- PLUEDDEMANN, E. P. General Concepts. *Em: Silane Coupling Agents*. Boston, MA: Springer US, 1991. p. 1–29.
- PROVIS, J. L.; DEVENTER, J. S. J. VAN. Geopolymerisation kinetics. 2. Reaction kinetic modelling. **Chemical Engineering Science**, v. 62, n. 9, p. 2318–2329, maio 2007.
- \_\_\_\_\_. Introduction to geopolymers. *Em: Geopolymers*. [s.l.] Elsevier, 2009. p. 1–11.
- PROVIS, J. L.; PALOMO, A.; SHI, C. Advances in understanding alkali-activated materials. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 110–125, 2015.
- RAMOS, G. A. Cimento Geopolimérico Contendo Resíduo Do Polimento De Placas Cerâmicas. p. 116, 2017.
- RANJBAR, N. *et al.* Mechanisms of interfacial bond in steel and polypropylene fiber reinforced geopolymer composites. **Composites Science and Technology**, v. 122, p. 73–81, jan. 2016.

- RASHAD, A. M. Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and composition – A comprehensive overview. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 303–318, 1 abr. 2013.
- REDDY, M. S.; DINAKAR, P.; RAO, B. H. A review of the influence of source material's oxide composition on the compressive strength of geopolymer concrete. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 234, p. 12–23, 1 nov. 2016.
- RICKARD, W. D. A.; VICKERS, L.; RIESSEN, A. VAN. Performance of fibre reinforced, low density metakaolin geopolymers under simulated fire conditions. **Applied Clay Science**, v. 73, n. 1, p. 71–77, 1 mar. 2013.
- ROSSI, A. DE *et al.* Waste-based geopolymeric mortars with very high moisture buffering capacity. **Construction and Building Materials**, v. 191, p. 39–46, 10 dez. 2018.
- SANJAYAN, J. G. *et al.* Physical and mechanical properties of lightweight aerated geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 79, p. 236–244, mar. 2015.
- SENF, L. *et al.* Effect of nanosilica and microsilica on microstructure and hardened properties of cement pastes and mortars. **Advances in Applied Ceramics**, v. 109, n. 2, p. 104–110, 1 fev. 2010.
- SENF, L. *et al.* Eco-friendly approach to enhance the mechanical performance of geopolymer foams: Using glass fibre waste coming from wind blade production. 2019.
- SENF, L. *et al.* Eco-friendly approach to enhance the mechanical performance of geopolymer foams: Using glass fibre waste coming from wind blade production. **Construction and Building Materials**, v. 239, p. 117805, 10 abr. 2020.
- SHAIKH, F. U. A. Review of mechanical properties of short fibre reinforced geopolymer composites. **Construction and Building Materials**, v. 43, p. 37–49, jun. 2013.
- STEINEROVA, M. *et al.* The Brittleness and Chemical Stability of Optimized Geopolymer Composites. **Materials**, v. 10, n. 4, p. 396, abr. 2017.
- TREJBAL, J. *et al.* Impact of surface plasma treatment on the performance of PET fiber reinforcement in cementitious composites. **Cement and Concrete Research**, v. 89, p. 276–287, nov. 2016.
- VAOU, V.; PANIAS, D. Thermal insulating foamy geopolymers from perlite. **Minerals Engineering**, v. 23, n. 14, p. 1146–1151, nov. 2010.

WASTIELS, J. Mineral polymer based on fly ash Chemical stabilisation of Jordanian soils View project. **Article in Journal of Resource Management and Technology**, 1994.

YAN, S. *et al.* Synthesis and mechanical properties of lightweight hybrid geopolymer foams reinforced with carbon nanotubes. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 17, n. 5, p. 2335–2345, 1 set. 2020.

YAO, X. *et al.* Geopolymerization process of alkali–metakaolinite characterized by isothermal calorimetry. **Thermochimica Acta**, v. 493, n. 1–2, p. 49–54, set. 2009.

ZHANG, X. *et al.* Porous geopolymer composites: A review. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 150, p. 106629, 1 nov. 2021.

ZHANG, Z. *et al.* Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction. **Construction and Building Materials**, v. 56, p. 113–127, abr. 2014.

\_\_\_\_. Efflorescence and subflorescence induced microstructural and mechanical evolution in fly ash-based geopolymers. **Cement and Concrete Composites**, v. 92, p. 165–177, set. 2018.

ZHANG, Z.; WANG, H. The pore characteristics of geopolymer foam concrete and their impact on the compressive strength and modulus. **Frontiers in Materials**, v. 3, 10 ago. 2016.