



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS



RAYANNE OLIVEIRA LEÃO SANTANA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA
PRODUZIDA COM RESÍDUOS DE CAULIM E ESCÓRIA DE ALTO-FORNO DA
REGIÃO AMAZÔNICA**

ANANINDEUA

2025

RAYANNE OLIVEIRA LEÃO SANTANA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA
PRODUZIDA COM RESÍDUOS DE CAULIM E ESCÓRIA DE ALTO-FORNO DA
REGIÃO AMAZÔNICA**

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), do *Campus* Universitário de Ananindeua (CANAN), da Universidade Federal do Pará (UFPA), como parte dos requisitos para a obtenção do título de mestre(a) em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva

Área de concentração: Caracterização, Desenvolvimento e Aplicação de Materiais.

Linha de pesquisa: Tecnologia dos Materiais.

ANANINDEUA

2025

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

S231e Santana, Rayanne Oliveira Leão.
ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE ARGAMASSA
GEPOLIMÉRICA PRODUZIDA COM RESÍDUOS DE
CAULIM E ESCÓRIA DE ALTO-FORNO DA REGIÃO
AMAZÔNICA / Rayanne Oliveira Leão Santana. — 2025.
121 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Pará,
Campus Universitário de Ananindeua, Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais, Ananindeua, 2025.

1. Geopolímero. 2. metacaulim flint. 3. argamassa
geopolimérica. 4. amazônia. 5. sustentabilidade . I. Título.

CDD 620.11



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS - PPGCEM

**“ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA
PRODUZIDA COM RESÍDUOS DE CAULIM E ESCÓRIA DE ALTO-FORNO
DA REGIÃO AMAZÔNICA”**

RAYANNE OLIVEIRA LEÃO SANTANA

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE
PÓS- GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS -
PPGCEM/UFPA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA
OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS.

Aprovada por:

Documento assinado digitalmente



ALISSON CLAY RIOS DA SILVA
Data: 12/03/2025 15:28:52-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PRESIDENTE: _____

Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
Orientador – PPGCEM/UFPA

Documento assinado digitalmente



MARCOS ALLAN LEITE DOS REIS
Data: 02/04/2025 16:16:29-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

MEMBROS: _____

Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis
Examinadora Interno – PPGCEM/UFPA

Documento assinado digitalmente



CARLOS ALBERTO MARTINS FERREIRA
Data: 12/03/2025 16:00:05-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Carlos Alberto Martins Ferreira
Membro Externo à Instituição – UERJ

A Deus, dono dos meus dias e razão da minha força,
dedico este trabalho com profunda gratidão.

AGRADECIMENTOS

A Deus, meu primeiro e maior agradecimento. A Ele, que é minha rocha, fortaleza e escudo, e sem quem eu nada seria. Durante todos os dias destes dois anos de mestrado, Ele me concedeu força, sabedoria, paz e discernimento para enfrentar cada desafio e celebrar cada vitória. Foi em Sua presença que encontrei conforto e propósito para seguir em frente.

À Nossa Senhora, minha intercessora, minha gratidão eterna. Foi em sua intercessão que busquei acolhimento e amparo em momentos de aflição. Seu amor me envolveu em cuidado e me lembrou de que nunca estou sozinha.

À minha família, que, mesmo à distância, esteve comigo em pensamento e coração. Sei que torcem por mim com todo o amor, e é esse amor que me impulsiona a ser melhor a cada dia. Amo vocês com toda a minha força e com todo o meu coração.

Às minhas amigas, que são um reflexo desse apoio incondicional. Vocês, assim como minha família, vibraram por cada conquista minha. Obrigada por estarem comigo, mesmo que em pensamento. Amo vocês.

Ao meu orientador, professor Dr. Alisson Clay Rios da Silva, registro meu profundo respeito e agradecimento. Sua paciência e dedicação em me guiar no caminho da pesquisa foram indispensáveis. Obrigada por compartilhar seu conhecimento e por acreditar no potencial desta pesquisa.

Aos meus colegas do grupo de pesquisa, especialmente ao “grupinho geopol”, meu sincero agradecimento. Com vocês compartilhei não apenas as dificuldades, mas também muitas alegrias. Obrigada por cada troca, por cada ajuda e por terem tornado esta jornada mais leve e significativa.

Por fim, ao meu amado esposo, Vitor, não existem palavras que expressem plenamente minha gratidão. Você foi meu alicerce, minha fortaleza e meu porto seguro. Com seu amor, paciência e compreensão, caminhamos juntos por este percurso que teria sido muito mais árduo sem você ao meu lado. Admiro você profundamente, não apenas como profissional exemplar, mas como meu parceiro de vida. Te amo, meu amor.

“Age como se tudo dependesse de ti, e confia como se tudo dependesse de Deus.”

SANTO INÁCIO DE LOYOLA

RESUMO

A crescente busca por soluções sustentáveis na construção civil tem impulsionado a pesquisa sobre o uso de resíduos industriais como alternativas para materiais convencionais. Este estudo investigou a utilização de resíduos da indústria de caulim na produção de geopolímeros, com foco na substituição do metacaulim *soft* pelo metacaulim *flint* e da areia convencional pelo resíduo arenoso de caulim nas argamassas geopoliméricas. A pesquisa foi conduzida em três etapas: na primeira, foi realizada a caracterização físico-química das matérias-primas, abrangendo ensaios para determinar a composição mineralógica, química, granulométrica, e de massa específica. Na segunda etapa, foi avaliada a substituição do metacaulim *soft* por metacaulim *flint* em diferentes percentuais (0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90% a 100%), e a resistência à compressão das pastas geopoliméricas foi analisada. Embora não tenha sido observada uma relação linear entre o aumento da substituição do metacaulim *soft* e a resistência à compressão, a maior resistência (52 MPa) foi alcançada com a substituição total por metacaulim *flint*. Na terceira etapa, a produção de argamassas geopoliméricas consistiu na combinação da pasta geopolimérica com agregados, sendo testados percentuais de substituição da areia convencional por resíduo arenoso de caulim (0%, 25%, 50%, 75% e 100%). A análise dos ensaios físicos revelou que a substituição de 50% do agregado convencional pelo resíduo arenoso também resultou em uma matriz mais compacta, com menor absorção de água, maior massa específica e menor porosidade. Os resultados mostraram que a substituição de 50% da areia convencional por resíduo arenoso levou à maior resistência à compressão (46 MPa), sugerindo que essa proporção promoveu uma maior compactação da matriz e melhor interação entre o resíduo e a pasta. A análise morfológica por MEV confirmou que a formulação com 50% de substituição da areia apresentou uma matriz densamente compactada, com boa coesão entre a pasta e os agregados, e uma distribuição adequada dos géis N-A-S-H e C-A-S-H. Esses resultados destacam que a substituição parcial da areia por resíduo arenoso de caulim favorece a densificação e resistência das argamassas geopoliméricas, além de demonstrar o potencial do caulim *flint* e do resíduo arenoso como alternativas sustentáveis na construção civil.

Palavras-chave: geopolímero, metacaulim *flint*, argamassa geopolimérica, amazônia, sustentabilidade.

ABSTRACT

The growing demand for sustainable solutions in the construction sector has driven research into the use of industrial waste as alternatives to conventional materials. This study investigated the utilization of kaolin industry residues in the production of geopolymers, focusing on the substitution of soft metakaolin with flint metakaolin and conventional sand with sandy kaolin residue in geopolymer mortars. The research was conducted in three stages: first, a physicochemical characterization of the raw materials was performed, including tests to determine mineralogical, chemical, granulometric compositions, and specific mass. In the second stage, the substitution of soft metakaolin with flint metakaolin at different percentages (0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, and 100%) was evaluated, and the compressive strength of geopolymer pastes was analyzed. Although a linear relationship between the increase in flint metakaolin substitution and compressive strength was not observed, the highest strength (52 MPa) was achieved with the full substitution of soft metakaolin by flint metakaolin. In the third stage, geopolymer mortars were produced by combining geopolymer paste with aggregates, testing substitution percentages of conventional sand with sandy kaolin residue (0%, 25%, 50%, 75%, and 100%). Physical tests revealed that substituting 50% of the conventional aggregate with sandy residue resulted in a more compact matrix with lower water absorption, higher specific mass, and reduced porosity. The results showed that replacing 50% of conventional sand with sandy residue led to the highest compressive strength (46 MPa), suggesting that this proportion enhanced matrix densification and improved interaction between the residue and the paste. Morphological analysis using SEM confirmed that the formulation with 50% sand substitution presented a densely compacted matrix with good cohesion between the paste and aggregates and an adequate distribution of N-A-S-H and C-A-S-H gels. These findings highlight that partial replacement of sand with sandy kaolin residue improves the densification and strength of geopolymeric mortars while demonstrating the potential of flint metakaolin and sandy residue as sustainable alternatives in construction.

Keywords: geopolymer, flint metakaolin, geopolymer mortar, amazon, sustainability.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Processo de formação da metacaulinita através da desidroxilação da caulinita.	24
Figura 2- (a) Pista de aeroporto Brisbane West Wellcamp Airport; (b) Pontes de entrada do aeroporto.....	37
Figura 3- (a) Fachada do edifício Global Change Institute na University of Queensland; (b) Interior do edifício.	38
Figura 4 - Fluxograma da metodologia experimental.	40
Figura 5- Metacaulim soft.	41
Figura 6- (a) Caulim flint in natura (b) MF após o beneficiamento.	42
Figura 7- (a) Escória de alto-forno in natura (b) Escória de alto-forno após o beneficiamento.	43
Figura 8- Resíduo de arenoso de caulim	45
Figura 9- Calcinação: (a) Inserção do cadinho com caulim no forno preaquecido (b) Obtenção do metacaulim.	47
Figura 10 – Beneficiamento do caulim flint: (a) estufa utilizada para secar o material; (b) material sendo peneirado; (c) moinho de jarro onde foi feito a moagem; (d) material sendo inserido no forno mufla para calcinação.....	48
Figura 11 - Aparelho de Vicat	57
Figura 12- Prensa Hidráulica Elétrica	59
Figura 13- Ensaio de compressão em corpo de prova de pasta de cimento geopolimérico.	60
Figura 14- Ensaio de compressão em corpo de prova de argamassa geopolimérica.....	60
Figura 15- Distribuição granulométrica do metacaulim soft.....	64
Figura 16 - Distribuição granulométrica do metacaulim flint	64
Figura 17 - Distribuição granulométrica da Escória de alto-forno.....	65
Figura 18 - Curva granulométrica da arei convencional	67
Figura 19 - Curva granulométrica do resíduo arenoso	67
Figura 20 - Espectro de FTIR do Caulim soft e do Metacaulim soft.	71
Figura 21 - Espectro de FTIR do Caulim flint e do Metacaulim flint.	71
Figura 22 - Espectro de FTIR da escória de alto-forno	72
Figura 23 - Difratoograma do caulim soft	73
Figura 24 - Difratoograma do metacaulim soft.	74
Figura 25 - Difratoograma do caulim flint.	74
Figura 26 - Difratoograma do metacaulim flint.....	75

Figura 27 - Difratoograma da Escória de Alto-forno.	75
Figura 28 - Imagem de MEV do caulim soft com aumento de 18.500x.	77
Figura 29 - Imagem de MEV do metacaulim soft com aumento de 18.500x.....	78
Figura 30 - Imagem de MEV do caulim flint com aumento de 18.500x.....	79
Figura 31 - Imagem de MEV do metacaulim flint com aumento de 15.000x.....	80
Figura 32 - Imagem de MEV da escória de alto-forno com aumento de 1000x	81
Figura 33 - Difratoograma do resíduo arenoso.....	83
Figura 34 - Imagens de MEV do resíduo arenoso do caulim com ampliações de 100x e 5000x	83
Figura 35 - Distribuição granulométrica do resíduo arenoso	84
Figura 36 - Resistência à compressão das pastas geopoliméricas com variações percentuais de metacaulim flint.....	87
Figura 37 - Resistência à compressão das argamassas geopoliméricas com as variações em percentuais do resíduo arenoso.....	89
Figura 38 - Análise morfológica e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) das amostras de argamassas com aumento de 1000x: (a) 100% areia convencional; (b) 75% areia convencional e 25% resíduo arenoso; (c) 50% areia convencional e 50% resíduo arenoso; (d) 25% areia convencional e 75% resíduo arenoso; (e) 100% resíduo arenoso.	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Características do NaOH.	44
Tabela 2- Características do Silicato de Sódio.	44
Tabela 3 - Resultados dos ensaios de massa específica e perda ao fogo dos materiais precursores.	62
Tabela 4 - Massa específica dos agregados miúdos	63
Tabela 5 - Análise Granulométrica dos materiais precursores	63
Tabela 6 - Composição química dos materiais precursores	69
Tabela 7 - Requisitos químicos do metacaulim	69
Tabela 8 - Composição química do RAC	82
Tabela 9 - Análise Granulométrica do resíduo arenoso	84
Tabela 10 - Ensaio de tempo de pega pelo método de Vicat	85
Tabela 11 - Propriedades físicas das argamassas geopoliméricas com substituição do agregado miúdo	91

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
1.1. Objetivos	18
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1. Geopolímero	19
2.1.1. Aspectos históricos	19
2.1.2. Características dos geopolímeros	20
2.2. Matérias-primas	22
2.2.1. Caulim e Metacaulim.....	23
2.2.2. Resíduos.....	26
2.2.2.1. Resíduos agrícolas	27
2.2.2.2. Resíduos Industriais	28
2.2.3. Ativadores.....	32
2.2.3.1. Hidróxidos Alcalinos.....	33
2.2.3.2. Silicatos Alcalinos	34
2.3. Produtos geopoliméricos	34
2.4. Aplicações dos geopolímeros	36
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	39
3.1. Programa experimental.....	39
3.1.1. Variáveis fixas	41
3.2. Materiais	41
3.2.1. Precursor	41
3.2.1.1. Metacaulim <i>soft</i>	41
3.2.1.2. Metacaulim <i>flint</i>	42
3.2.1.3. Escória de alto-forno	43
3.2.2. Ativadores.....	43
3.2.2.1. Hidróxido de Sódio	43
3.2.2.2. Silicato de Sódio.....	44
3.2.3. Agregado Miúdo	44
3.2.3.1. Areia	44
3.2.3.2. Resíduo Arenoso do Caulim.....	45
3.2.4. Água.....	45

3.3. Métodos	46
3.3.1. Beneficiamento das matérias-primas	46
3.3.1.1. Calcinação do Caulim	46
3.3.1.2. Beneficiamento do Caulim <i>flint</i>	47
3.3.1.3. Beneficiamento da Escória de Alto-forno	48
3.3.2. Caracterização física das matérias-primas	49
3.3.2.1. Perda ao fogo.....	49
3.3.2.2. Massa específica.....	49
3.3.2.2.1. Massa específica dos precursores	49
3.3.2.2.2. Massa específica dos agregados.....	50
3.3.2.3. Análise granulométrica por difração a laser.....	51
3.3.2.4. Análise Granulométrica dos Agregados.....	51
3.3.3. Caracterização química e mineralógica das matérias-primas	52
3.3.3.1. Fluorescência de Raios-X (FRX)	52
3.3.3.2. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	52
3.3.3.3. Difratometria de Raios - X (DRX)	53
3.3.3.4. Análise morfológica	53
3.3.4. Produção das pastas e argamassas	53
3.3.4.1. Produção da pasta de cimento geopolimérico	53
3.3.4.2. Preparação da argamassa geopolimérica	54
3.3.5. Confecção dos corpos de prova	55
3.3.6. Ensaio no estado fresco	56
3.3.6.1. Tempo de pega	56
3.3.7. Absorção de água, índices de vazios e massa específica.....	57
3.3.8. Ensaio mecânico	58
3.3.8.1. Resistência à compressão axial	59
3.3.9. Análise morfológica.....	60
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
4.1. Ensaio físicos das matérias-primas	62
4.1.1. Perda ao fogo e massa específica.....	62
4.1.2. Análise granulométrica por difração a laser	63
4.1.3. Análise granulométrica dos agregados miúdos	66
4.2. Caracterização química e mineralógica das matérias-primas.....	68

4.2.1. Materiais precursores	68
4.2.1.1. Fluorescência de Raios-x.....	68
4.2.1.2. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	70
4.2.1.3. Difratoograma de Raios -X (DRX)	73
4.2.1.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	77
4.2.2. Resíduo arenoso do caulim	81
4.3. Caracterização das pastas e argamassas geopoliméricas.....	85
4.3.1. Ensaio no estado fresco	85
4.3.1.1. Vicat	85
4.3.2. Ensaio mecânicos	86
4.3.2.1. Ensaio de resistência à compressão em pastas	86
4.3.2.2. Ensaio de Resistência a compressão em argamassas	89
4.3.3. Ensaio Físicos.....	91
4.3.4. Análise microestrutural.....	93
4.3.4.1. Análise microestrutural das argamassas.....	93
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	99
7. REFERÊNCIAS	101

1. INTRODUÇÃO

A indústria da construção civil desempenha um papel essencial no desenvolvimento global, mas enfrenta desafios crescentes relacionados ao impacto ambiental de seus materiais e processos. Um dos principais agentes desse impacto é o cimento Portland (CP), amplamente utilizado como ligante em materiais como concretos e argamassas. Sua produção convencional está associada a um elevado consumo de matérias-primas, água e energia, além de contribuir significativamente para as emissões globais de CO₂, estimadas em aproximadamente 6% das emissões antropogênicas totais (Mehta; Monteiro, 2014; Blanco, 2022).

A produção do cimento Portland é marcada não apenas por suas altas emissões de gases de efeito estufa, mas também por seus elevados gastos energéticos, especialmente devido às altas temperaturas exigidas no processo de produção do clínquer. Estima-se que, para a produção de uma tonelada de CP, sejam consumidas cerca de duas toneladas de matérias-primas, como calcário e xisto, resultando na emissão de aproximadamente uma tonelada de gases como dióxido de carbono (CO₂) e óxido de nitrogênio (NO), o que equivale a 0,87 tonelada de CO₂ e 3 kg de NO. Essa produção de cimento contribui com aproximadamente dois bilhões de toneladas de gases de efeito estufa emitidos anualmente, correspondendo a cerca de 6% das emissões antropogênicas globais (Ahmad *et al.*, 2021; Fernández-Jimenez *et al.*, 2017; Wong, 2015).

Ainda que avanços no processo de produção do CP diminuam significativamente essa emissão, há pesquisas que apontam para um aumento de 12 a 23% até 2050, devido à crescente demanda por produtos à base de cimento, principalmente em países em desenvolvimento (Arruda; Barata, 2022).

Nesta conjuntura, o cimento geopolimérico, conhecido como geopolímero, surge como uma alternativa promissora ao cimento Portland, oferecendo uma abordagem ecologicamente adequada na produção de materiais de construção. Esses materiais podem ser fabricados a partir de resíduos industriais ricos em aluminossilicatos, como cinza volante, escória de alto-forno, lama vermelha e resíduo de caulim (Boca Santa *et al.*, 2013). Ao utilizar esses resíduos como precursores, os geopolímeros destacam-se por sua capacidade de reduzir resíduos no meio ambiente, diminuir a extração de recursos naturais e mitigar as emissões de gases de efeito estufa (Boca Santa *et al.*, 2018).

As argamassas geopoliméricas, que utilizam precursores ricos em aluminossilicato e soluções alcalinas como ligantes, apresentam-se como uma alternativa viável e sustentável às argamassas de cimento Portland. Além de suas propriedades mecânicas e durabilidade

superiores, essas argamassas possuem potencial para ampliar o reaproveitamento de resíduos industriais, promovendo a conservação de recursos naturais e contribuindo para uma construção mais sustentável (Sahin *et al.*, 2021).

No estado do Pará, o processo de beneficiamento mineral para a produção de caulim, voltado a atender às exigências do mercado, gera diferentes tipos de resíduos, frequentemente descartados em bacias de sedimentação. Esses resíduos representam passivos ambientais significativos, mas possuem potencial para aplicações na construção civil. Um deles, o resíduo de caulim flint, produzido no processo de lavra e extração pode ser utilizado como material precursor na formulação de cimento geopolimérico. Já o resíduo arenoso, gerado no processo de beneficiamento primário destaca-se como um substituto sustentável do agregado miúdo em argamassas geopoliméricas. Essa abordagem não apenas agrega valor a esses resíduos, mas também mitiga impactos ambientais, oferecendo alternativas viáveis e sustentáveis para a indústria da construção.

Dentro dessa perspectiva, este trabalho busca explorar o potencial de resíduos da indústria da mineração, especialmente aqueles gerados no beneficiamento de caulim no estado do Pará, para a produção de argamassas geopoliméricas. A proposta consiste em avaliar o desempenho do resíduo de caulim flint como material precursor do ligante geopolimérico e o resíduo arenoso como substituto do agregado miúdo. Essa abordagem não só contribui para a mitigação de passivos ambientais e a valorização de resíduos industriais, como também visa agregar valor a fontes ricas em aluminossilicatos, destinando esses resíduos de maneira sustentável.

Alinhando-se aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) (ONU, 2024), o estudo busca promover inovação no setor da construção civil (ODS 9), incentivar práticas ecológicas em áreas urbanas (ODS 11), reduzir o consumo de recursos naturais e as emissões de CO₂ (ODS 12 e ODS 13), e contribuir para a proteção dos ecossistemas terrestres (ODS 15). Nesse sentido, a produção de argamassas a partir de cimento geopolimérico, que atenda às exigências técnicas do mercado, representa uma solução inovadora e sustentável, com grande potencial para transformar a construção civil em um setor mais eficiente e ambientalmente consciente.

1.1. Objetivos

1.1.1. Objetivo geral

Avaliar a viabilidade técnica da produção de argamassas geopoliméricas, mediante o aproveitamento de resíduos originários da extração e do processamento do caulim, bem como da escória de alto-forno, ambos provenientes da região Amazônica.

1.1.2. Objetivos específicos

- Realizar a caracterização físico-química e mineralógica dos insumos, abrangendo o caulim *soft*, o caulim *flint*, a escória de alto-forno e o resíduo arenoso do caulim;
- Investigar o percentual ideal de substituição do metacaulim *soft* pelo metacaulim *flint* na pasta geopolimérica;
- Explorar o percentual ótimo de substituição da areia convencional pelo resíduo do processamento do caulim na argamassa geopolimérica, utilizando como base a pasta com a melhor percentual de substituição alcançado;
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas das argamassas geopoliméricas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Geopolímero

2.1.1. Aspectos históricos

Nas últimas décadas, houve um notável aumento nas pesquisas relacionadas aos geopolímeros, destacando seu potencial para eficiência energética e redução do impacto ambiental. Além disso, sua impressionante resistência mecânica e durabilidade têm consolidado sua importância crescente na tecnologia de materiais de construção (Ahmad, 2021; Blanco, 2022; Krishna, 2021; Zhang *et al.*, 2021).

Os primeiros estudos desenvolvidos com geopolímeros datam da década de 40, quando Purdon investigou ligantes obtidos pela ativação alcalina de escórias industriais e solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) (Purdon, 1940). Na década seguinte, Glukhovsky contribuiu significativamente ao explorar a produção de ligantes por ativação alcalina de materiais aluminossilicatos (argilas, rochas, escórias), inicialmente chamados de "solocimento" e posteriormente denominados "Geocimentos" para ressaltar sua analogia com materiais geológicos (Ahmad 2021; Shi *et al.*, 2011).

Na década de 70, Joseph Davidovits introduziu o termo "geopolímero" ao desenvolver ligantes alcalinos. Após uma série de incêndios catastróficos na França, iniciou suas pesquisas para criar novos materiais poliméricos inorgânicos resistentes ao calor e não inflamáveis. Observando que algumas construções antigas eram menos afetadas pelos incêndios do que as construções modernas, Davidovits foi motivado a estudar as pirâmides do Egito (Davidovits, 2002). Esse marco culminou na criação, em 1977, da primeira resina polimérica mineral, resultado da reação de metacaulim com silicato solúvel (Provis; Bernal, 2014; Verma *et al.*, 2020).

A terminologia "geopolímeros" e "polissialatos" foi oficializada por Davidovits em 1981, enfatizando o potencial desses materiais como alternativas ao cimento Portland (Davidovits, 2021). Esses polissialatos, modernas adaptações de métodos antigos de estabilização de solos, demonstraram serem promissores aglomerantes (Davidovits, 1994). Durante os anos 80, Davidovits continuou a contribuir com avanços significativos na fabricação de ligantes geopoliméricos, expandindo a pesquisa para explorar os sistemas de ligação alcalina propostos por Glukhovsky. As décadas seguintes testemunharam a introdução bem-sucedida das argilas como precursores na síntese desses ligantes (Shi; Krivenko; Roy, 2006).

A virada do século testemunhou uma transição para a aplicação prática dos geopolímeros na construção civil. Formulações específicas foram desenvolvidas para atender a requisitos de resistência, durabilidade e sustentabilidade, impulsionando a disseminação desses materiais em projetos reais (Duxson *et al.*, 2007; Provis; Bernal, 2014).

Nos estudos mais recentes, os esforços de pesquisa focaram na otimização das propriedades mecânicas e na viabilidade industrial dos geopolímeros. Novas formulações e métodos de produção foram desenvolvidos, representando um avanço significativo em direção à adoção generalizada desses materiais na construção civil (Bernal *et al.*, 2018; Van Deventer *et al.*, 2019).

A evolução dos geopolímeros desde as teorias iniciais de Davidovits até as aplicações práticas contemporâneas refletem avanços substanciais em formulações e técnicas de produção. Este percurso histórico não apenas testemunhou a maturação do campo, mas também delineou um futuro promissor para a adoção generalizada de geopolímeros na construção sustentável (Bernal *et al.*, 2020; Davidovits, 2008).

2.1.2. Características dos geopolímeros

O geopolímero consiste em um ligante à base de aluminossilicatos, representando uma classe inovadora de materiais com propriedades aglomerantes. Sua estrutura tridimensional é caracterizada pela presença de tetraedros de SiO_4 e AlO_4 interligados por átomos de oxigênio, assemelhando-se às estruturas encontradas nas zeólitas. Esses materiais apresentam propriedades cimentícias equiparáveis ou até superiores às do cimento Portland (Dlugokencki, 2022; Provis, 2006; Qaidi *et al.*, 2022; Racanelli, 2022).

Os geopolímeros são categorizados como polímeros inorgânicos obtidos pela polimerização de matérias-primas ricas em aluminossilicatos, provenientes de fontes geológicas, por meio da interação entre um precursor geológico aluminossilicato e uma fonte de hidróxido de metal alcalino e silicato (Davidovits, 2011; Lodeiro *et al.*, 2020; Provis, 2018; Racanelli, 2022; Vassalo, 2013). A abordagem, introduzida por Davidovits (1994), propõe a utilização de líquidos alcalinos para reagir com o silício (Si) e o alumínio (Al) presentes em materiais geológicos ou subprodutos, como argilas calcinadas, cinzas volantes, escória de alto-forno, resíduos da mineração, e resíduos agrícolas (Mohamed *et al.*, 2022; Moura, 2014; Porto, 2019; Zhuang *et al.*, 2016). Esses materiais, ricos em alumina e sílica, quando expostos a uma solução alcalina, resultam em uma pasta com características semelhantes às do cimento Portland, exibindo capacidade de endurecimento, resistência mecânica e durabilidade

comparáveis ou superiores às misturas com este tipo de cimento (Fernández-Jiménez; Palomo, 2005).

A fonte de aluminossilicatos desempenha um papel determinante no mecanismo dessa reação. A literatura destaca que o elevado grau de amorfismo desses aluminossilicatos favorece positivamente a formação do geopolímero (Cheng *et al.*, 2012). Além dos aluminossilicatos, outros fatores, como o tipo e a quantidade da solução alcalina, a temperatura, as condições de cura e os aditivos, são fatores críticos que influenciam diretamente na obtenção de um geopolímero de qualidade (Barreto, 2022; Singh *et al.*, 2015; Zhuang *et al.*, 2016).

A geopolimerização é o processo fundamental responsável pela produção dos geopolímeros. Este fenômeno exotérmico é caracterizado pela rápida transformação dos aluminossilicatos ativados alcalinamente em polímeros inorgânicos com estrutura semicristalina ou amorfa (Cui *et al.*, 2011). Esse processo, que envolve a policondensação de monômeros, conforme definido por Davidovits (2015), é responsável por gerar a matriz sólida dos geopolímeros. De acordo com Palomo *et al.* (1999), a geopolimerização é o processo químico pelo qual estruturas vítreas (amorfa ou parcialmente amorfas) são transformadas em um material compactado com propriedades cimentícias. Esse fenômeno exotérmico é crucial para a formação eficiente de estruturas geopoliméricas, conferindo-lhes propriedades desejadas, como durabilidade e resistência mecânica. Além disso, Wong (2022) afirma que o processo de geopolimerização é uma alternativa ecologicamente sustentável para a produção de materiais de construção, promovendo a sustentabilidade.

Como resultado da geopolimerização, uma estrutura sólida tridimensional é formada, onde os átomos de Si e Al se alternam em coordenação tetraédrica e compartilham todos os átomos de oxigênio, resultando em uma rede com unidades estruturais tridimensionais que formam microestruturas macromoleculares (Davidovits, 2015; Duxson *et al.*, 2006; Weil *et al.*, 2005).

O modelo mais amplamente aceito que descreve a reação de geopolimerização é o modelo de três etapas. De acordo com esse modelo, o mecanismo de geopolimerização pode ser subdividido em três principais etapas: dissolução, reorientação e cristalização (Davidovits, 1991; Duxson *et al.*, 2006 e 2007a; Kheimi *et al.*, 2022; Lodeiro; Jimenez; Palomo, 2013; Yong *et al.*, 2019).

Na primeira fase, chamada dissolução, ocorre a quebra das ligações covalentes entre átomos de silício, alumínio e oxigênio na fonte sólida de aluminossilicato. A ruptura inicial das ligações Al-O, de menor energia de ligação, é seguida pela quebra das ligações Si-O, que demandam mais tempo e alcalinidade. Esse processo libera íons aluminato e silicato em

solução, na forma monomérica (Azimi *et al.*, 2020; Dlugokencki, 2022; Duxson *et al.*, 2007; Torgal; Jalali, 2010; Youssef *et al.*, 2023).

A segunda etapa, denominada reestruturação, sucede a dissolução. Após a quebra das ligações, os monômeros de AlO_4 e SiO_4 dissolvidos polimerizam para formar oligômeros ou géis. A coagulação e gelificação são passos subsequentes, nos quais ocorre a policondensação e reorganização dos componentes destruídos durante a dissolução, resultando na formação de um gel ligante (N, K)-A-S-H. N e K representam os íons presentes no ativador alcalino (sódio ou potássio), responsáveis pelo equilíbrio das cargas Si^{4+} e Al^{3+} na estrutura (Siqueira, 2011; Longhi, 2015). A estrutura densa, representada na fase de formação do Gel 1, demonstra baixa cristalinidade, mas alta reticulação. À medida que a conectividade da rede do gel aumenta, surge a fase Gel 2, formando uma estrutura tridimensional. (Youssef *et al.*, 2023; Dlugokencki, 2022; Gartner; Macphee, 2011; Pacheco-Torgal; Jalali, 2010; Provis *et al.*, 2009).

A terceira fase, cristalização, representa a consolidação final da matriz geopolimérica. Após a gelificação, o sistema continua a reorganizar-se, dando origem a uma rede tridimensional. A rápida solidificação da matriz ocorre devido à policondensação do aluminato hidrolisado e do silicato, resultando na formação de uma estrutura desordenada amorfa a semicristalina denominada pasta geopolimérica, caracterizada por aluminatos e silicatos tetraédricos (Boca Santa, 2012; Provis *et al.*, 2009). Durante a geopolimerização, a interligação dos silicatos e aluminatos por átomos de oxigênio em arranjos tridimensionais é mediada pelos cátions da solução alcalina, como sódio (Na^+) ou potássio (K^+), contribuindo para a formação de uma rede rígida tridimensional de aluminatos e silicatos (Azimi *et al.*, 2020; Dupuy *et al.*, 2019).

2.2. Matérias-primas

As matérias-primas dos geopolímeros são praticamente inesgotáveis, visto que os aluminossilicatos compreendem mais de 75% da parte sólida inorgânica da crosta terrestre, encontrando-se em rochas e solos resultantes da desagregação física e química das rochas (Almeida, 2023; Lenhardt *et al.*, 2021; Satish *et al.*, 2019). A escolha criteriosa da matéria-prima e das condições de preparação desses materiais desempenha um papel fundamental nas reações, impactando diretamente nas propriedades finais do ligante. Dentre essas propriedades, destacam-se elevada resistência à compressão, baixa retração, cura rápida ou lenta, resistência a ácidos, resistência ao fogo e baixa condutividade térmica (Asin *et al.*, 2019; Duxson *et al.*, 2007b).

Para obter o geopolímero, são necessários materiais aluminossilicatos amorfos, conhecidos como precursores, juntamente com uma solução alcalina, denominada solução ativadora. Entre os precursores amplamente utilizados, destaca-se o metacaulim e subprodutos industriais, como cinzas volantes e escórias de alto-forno (Ahmad *et al.*, 2021; Davidovits, 2011; Mehta, 2018; Provis; Bernal, 2014). Além destes, outros materiais com características pozolânicas, fontes de aluminossilicatos, como resíduos agrícolas e da mineração, têm sido amplamente empregados como matérias-primas sólidas na produção de geopolímeros (Ahmad *et al.*, 2021; Duxson *et al.*, 2007). Diferenças notáveis em propriedades estruturais, mecânicas e físicas foram observadas em aglutinantes ativados por precursores de diversas origens, refletindo as variações químicas e físicas entre esses precursores, assim como as influências de diferentes concentrações e composições de ativadores (Ismail *et al.*, 2014).

Os ativadores alcalinos convencionais utilizados em sistemas geopoliméricos incluem hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de potássio (KOH), silicato de sódio (Na_2SiO_3) e silicato de potássio (K_2SiO_3) (Ahmad *et al.*, 2021; Duxson *et al.*, 2007).

O aprimoramento das características do geopolímero é alcançado por meio de uma criteriosa escolha de matérias-primas, uma composição otimizada e uma estratégia de processamento ajustada para otimizar sua aplicação específica (Ahmad *et al.*, 2021).

2.2.1. Caulim e Metacaulim

Um dos materiais mais difundidos como fonte de aluminossilicato em ligante geopolimérico é o metacaulim, obtido a partir da calcinação da argila caulinítica (caulim) (Ahmad *et al.*, 2021).

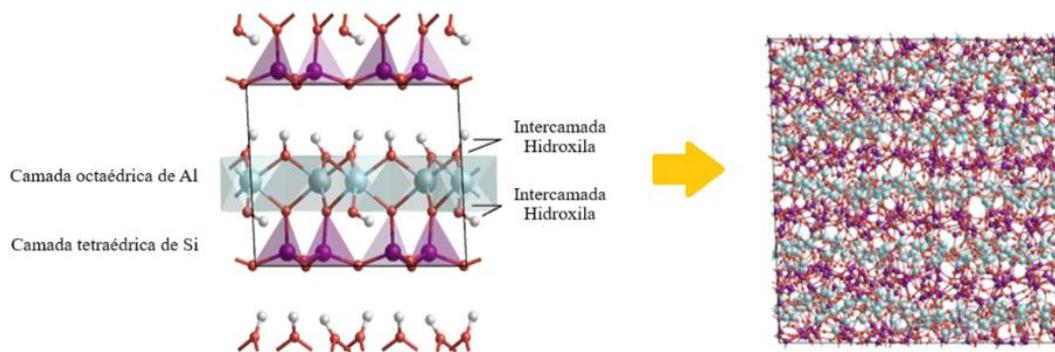
Silva (2001) destaca que o caulim, comumente denominado de caulim soft (devido a sua baixa dureza), é um dos seis materiais mais abundantemente presentes na crosta terrestre e possui relevância não apenas como matéria-prima para geopolímeros, mas também em setores como a indústria de papel, tintas, vernizes e fabricação de artigos cerâmicos.

A caulinita, um argilomineral presente em rochas sedimentares e sedimentos, constitui o componente central do caulim. Trata-se de um aluminossilicato formado por tetraedros de silício e octaedros de alumínio, unidos por átomos de oxigênio, conforme descrito por Silva (2009). A estrutura da caulinita caracteriza-se por átomos interligados por ligações covalentes, apresentando baixa reatividade.

Quando a argila caulinita passa pelo processo de calcinação a temperaturas que variam entre 550 e 850 °C, ocorre uma desordenação parcial da estrutura cristalina do argilomineral. Nesse novo estado, ela passa a ser chamada de metacaulim (Junior, 2020).

Esse mineral resultante é amplamente empregado como matéria-prima na síntese de geopolímeros, como evidenciado em estudos como os de Barbosa *et al.* (2018), Glid *et al.* (2017), Jindal *et al.* (2023), Yunsheng *et al.* (2010), Zhang *et al.* (2012). A calcinação, fundamental nesse contexto, induz a desidroxilação da caulinita, eliminando a água presente nela, conhecida como água estrutural. A retirada dessa água estrutural leva à criação de uma estrutura molecular altamente desordenada, resultando em um produto final altamente amorfo. (Hajjaji *et al.*, 2013; Jindal *et al.*, 2023; Peiliang; Linna, 2021). A Figura 1 apresenta o processo de formação da metacaulinita.

Figura 1 - Processo de formação da metacaulinita através da desidroxilação da caulinita.



Fonte: Adaptado de Sperinck *et al.* (2011).

De acordo com o Davidovits (1994), a transformação do caulim em metacaulim torna o material mais reativo, com propriedades altamente pozolânicas. O metacaulim possui em sua composição elementos fundamentais para a produção de geopolímeros, destacando-se o SiO_2 , correspondendo a aproximadamente 52%, e o Al_2O_3 , com uma percentagem em torno de 40%. Os 8% restantes são considerados impurezas, como quartzo e outros argilominerais, incluindo feldspato, mica, gipsita, ferro e materiais orgânicos (Nita, 2006). Além disso, o produto final pode variar em termos de finura, área superficial e coloração, características estas que estão intrinsecamente relacionadas à composição química e mineralógica do caulim utilizado (Dlugokencki, 2022).

O caulim desempenha um papel fundamental na produção de geopolímeros, sendo a fonte primária para o metacaulim. O metacaulim, obtido pela calcinação do caulim a temperaturas moderadas (550 °C a 850 °C), é reconhecido por suas fases amorfas altamente reativas, especialmente sílica e alumina, tornando-o um componente essencial na síntese de

geopolímeros (Ahmad *et al.*, 2021; Youssef *et al.*, 2023). O metacaulim é combinado com um ativador alcalino em proporções adequadas. Diversos estudos destacam a importância da escolha apropriada das propriedades do metacaulim, como composição mineralógica, histórico de tratamento térmico e tamanho de partículas (Zhang *et al.*, 2016).

O tratamento térmico do caulim é crucial para conferir ao precursor uma reatividade otimizada, buscando a produção de geopolímeros de alta resistência. A literatura destaca esforços significativos para determinar a temperatura ideal de calcinação, reconhecendo que não existe uma temperatura única e universalmente ideal, sendo influenciada pela composição mineral, tamanho de partícula e processo de aquecimento (Zhang *et al.*, 2016).

A utilização de metacaulim na produção de geopolímeros apresenta vantagens ambientais em comparação com o cimento Portland. Enquanto o cimento Portland requer altas temperaturas para a sua produção (cerca de 1450 °C) e contribui significativamente para as emissões de CO₂, a substituição parcial ou total do cimento por geopolímeros à base de metacaulim pode reduzir consideravelmente as emissões de CO₂, tornando-se uma alternativa mais sustentável (Zhang *et al.*, 2016). Além disso, o geopolímero baseado na ativação alcalina do metacaulim tornou-se atraente devido à sua excelente estabilidade térmica, além das suas propriedades mecânicas comparáveis às do cimento (Casa, 2018).

A obtenção do metacaulim a partir da calcinação de caulim puro, como a caulinita, proporciona uma proporção ideal de silício e alumínio (Si/Al), embora os pós utilizados na fabricação de geopolímeros geralmente sejam preparados a partir de caulim extraído de depósitos, levando a variações nas composições químicas e mineralógicas (Zhang *et al.*, 2016).

Desta forma, a diversidade na origem e natureza do caulim, juntamente com a variação nas condições de calcinação, destaca a importância de ajustar os parâmetros de produção para obter metacaulim com propriedades ideais. Zhang *et al.* (2016) aborda esta complexidade, considerando fatores como a composição química, mineralógica e o tamanho de partículas, visando otimizar a reatividade da matéria-prima em processos de geopolimerização.

O caulim pode ser extraído diretamente como um mineral puro ou obtido em uma forma menos pura a partir de rejeitos de minas ou resíduos da indústria de papel. Essas diferentes fontes induzem diferenças no tamanho, pureza e cristalinidade das partículas – propriedades que influenciam a reatividade (Granizo *et al.*, 2000). No entanto, a geopolimerização oferece um caminho para a valorização de argilas impuras ou de baixo teor, proporcionando alguma margem para redução de custos em comparação com o custo dos metacaulins comerciais, geralmente derivados de depósitos de argila de alta pureza (Provis; Bernal, 2014).

Há vários anos, o metacaulim tem sido amplamente empregado como um dos precursores principais na fabricação de geopolímeros, devido à sua reatividade elevada e à formação de produtos de reação mais uniformes em comparação com os geopolímeros originados de subprodutos ou resíduos industriais. Contudo, a disponibilidade desta matéria-prima como precursor para a produção em larga escala de geopolímeros apresenta limitações. As indústrias de papel (aproximadamente 45% da produção global), cerâmica (aproximadamente 15%) e refratária (aproximadamente 15%) buscam argilas caulínicas de elevada pureza, o que resulta em um aumento nos custos associados ao caulim (Barata; Angélica, 2012).

Além do mais, a utilização do metacaulim na produção de geopolímeros também tende a demandar uma quantidade substancial de água, devido à estrutura em forma de folha das partículas de metacaulim e à correspondente área superficial elevada (Provis *et al.*, 2010). Embora os geopolímeros à base de metacaulim se mostrem apropriados para aplicações específicas de engenharia (Davidovits, 2011), a reduzida trabalhabilidade das pastas frescas também diminui o potencial de aplicação em larga escala desses materiais (Longhi *et al.*, 2015).

Desta forma, apesar das características favoráveis do metacaulim, como sua reatividade elevada e formação de produtos uniformes, as desvantagens relacionadas ao alto custo, à demanda significativa de água e à limitação na trabalhabilidade têm motivado pesquisadores a explorar alternativas. Entre essas alternativas, destaca-se a utilização de resíduos industriais, como a escória de alto-forno, resíduos da mineração e resíduos agrícola (Zhang *et al.*, 2016), como materiais suplementares na produção de geopolímeros.

2.2.2. Resíduos

A produção e o consumo humanos simultâneos geram uma considerável quantidade de resíduos sólidos, provenientes de diversas atividades, como mineração, metalurgia siderúrgica, geração de energia e produção agrícola. A gestão inadequada desses resíduos não apenas ocupa extensas áreas, mas também resulta na poluição de água, solo e atmosfera, desencadeando sérios problemas ambientais (Bo *et al.*, 2021).

A busca por soluções sustentáveis no desenvolvimento de materiais alternativos levou ao desenvolvimento do geopolímero, apresentando-se como uma alternativa ambientalmente amigável ao cimento convencional e contribuindo significativamente para a redução das emissões de dióxido de carbono (Mehta, 2018). O diferencial do geopolímero reside na sua

capacidade não apenas de reduzir a pegada de carbono em comparação ao processo produtivo de cimento Portland, mas também na utilização eficiente de subprodutos industriais.

Ao adotar subprodutos, essa tecnologia proporciona benefícios econômicos, uma vez que esses materiais estão disponíveis a preços acessíveis, muitas vezes disponibilizados sem custo adicional. Essa abordagem não só enfrenta de maneira eficaz os desafios associados ao descarte de subprodutos industriais, como também realça a viabilidade econômica e ambiental do geopolímero (Mehta, 2018).

Nesse contexto, a utilização de resíduos, como cinzas volantes, escória, cinza da casca de arroz e resíduo da mineração, na produção de geopolímeros de material de construção, destaca-se como uma prática sustentável. Essa abordagem não apenas reduz o consumo de reservas minerais, como o calcário (utilizado na produção do cimento Portland), mas também contribui para a diminuição das emissões de gases de efeito estufa, alinhando-se com as metas ambientais e econômicas contemporâneas (Zhuang, 2016).

Os resíduos sólidos atualmente utilizados em geopolímeros podem ser categorizados principalmente em resíduos industriais e resíduos agrícolas (Bo *et al.*, 2021). De acordo com a composição química, morfologia, tamanho das partículas, absorção de água e outras características dos resíduos sólidos, eles podem ser utilizados como precursores, agregados, fibras, entre outros. (Bo *et al.*, 2021). As propriedades do ligante geopolimérico resultante obtido de resíduos sólidos podem ser consideradas dependentes da composição química do material de origem utilizado (Mehta, 2018).

Os resíduos industriais representam uma grande proporção dos resíduos gerados pelo homem, que apresentam uma grande variedade e composição complexa. Em termos de produção, os principais resíduos sólidos industriais que precisam ser tratados com urgência são os rejeitos de mineração, as cinzas volantes de usinas de energia, a escória e os resíduos de fundição da metalurgia (Bo *et al.*, 2021).

2.2.2.1. Resíduos agrícolas

Resíduos agrícolas referem-se aos subprodutos provenientes do processamento de alimentos, fibras, couro, madeira, produção de açúcar, álcool, entre outros (Oliveira; Fenilli, 2019). Anualmente, países ao redor do globo geram volumes significativos de resíduos sólidos agrícolas (Chang; Li, 2019). A reutilização desses resíduos representa uma estratégia para a preservação ambiental, permitindo uma destinação adequada e reduzindo depósitos inadequados na natureza (Almeida, 2023). A incineração desses materiais é uma abordagem

economicamente viável para a recuperação energética; contudo, gera cinzas alcalinas após a queima (Bo *et al.*, 2021).

A recuperação energética por meio da incineração de resíduos sólidos agrícolas é uma alternativa economicamente viável, com uma parcela significativa de geração de energia a partir de biomassa em países desenvolvidos. No entanto, a queima desses materiais resulta em cinzas alcalinas, provenientes da biomassa, após a geração de energia. A incorporação de resíduos agrícolas em geopolímeros, como cinza da casca de arroz, cinza combustível de óleo de palma e cinza do bagaço da cana-de-açúcar, emerge como uma opção sustentável, ganhando destaque em pesquisas científicas. Essa prática é particularmente relevante para países em desenvolvimento, com elevada produção de resíduos sólidos agrícolas e baixa taxa de utilização (Bo *et al.*, 2021).

A utilização de resíduos agrícolas em geopolímeros tem despertado crescente interesse, especialmente em materiais como cinza de casca de arroz e óleo de palma, que são amplamente investigados nesse contexto. Além desses, cinza de bagaço de cana, cinza de espiga de milho, outras cinzas residuais de biomassa e fibras naturais vegetais também têm sido objetos de estudo. O desenvolvimento do geopolímero, ao integrar eficazmente esses materiais, destaca seu papel como solução viável para a gestão responsável de resíduos sólidos agrícolas, proporcionando benefícios econômicos e ambientais significativos (Bo *et al.*, 2021).

A cinza de casca de arroz (CCA), gerada durante a queima da casca desse grão, constitui um subproduto relevante. Com aproximadamente 647,7 milhões de toneladas de casca de arroz produzidas anualmente em todo o mundo, a queima desse material resulta em cerca de 22% de cinzas de casca de arroz (Habeeb, 2010). A CCA, composta por 90 a 95% de sílica amorfa, apresenta alta atividade e área superficial específica, tornando-a um excelente material pozolânico para a síntese de geopolímeros (Bigno, 2008).

O óleo de palma, um óleo vegetal comum na alimentação, gera subprodutos como fibras, cascas de grãos e cascas durante seu processo de produção (Wendy *et al.*, 2012). Esses subprodutos, muitas vezes queimados como fonte de energia, resultam em cerca de 5% convertidos em cinzas combustíveis de óleo de palma (Weerachart *et al.*, 2007; Yusoff, 2006). Anualmente, a produção dessas cinzas atinge aproximadamente 4 milhões de toneladas, a maioria descartada em aterros (Weerachart *et al.*, 2007). Com uma considerável concentração de partículas de SiO_2 (40%–80%), a cinza combustível de óleo de palma requer investigação intensiva como material cimentício suplementar para geopolímeros (Wendy *et al.*, 2012).

2.2.2.2. Resíduos Industriais

- Cinzas Volantes

As cinzas volantes são resíduos sólidos em pó provenientes da queima de carvão em usinas termelétricas (Shukla *et al.*, 2023). Esses resíduos são compostos por partículas finas expelidas da caldeira junto com os gases de combustão, sendo retidas em precipitadores eletrostáticos ou filtros (Aci, 2000; Zhuang, 2016). Em geral, as cinzas volantes são resíduos fundamentalmente silico-aluminosos, finamente divididos, provenientes da combustão do carvão mineral pulverizado (Kihara, 1983).

A composição das cinzas volantes varia, mas geralmente inclui SiO_2 , Al_2O_3 , CaO e Fe_2O_3 , presentes na forma de óxidos amorfos e cristalinos ou diversos minerais (Zhuang, 2016). Durante a combustão do carvão, minerais incombustíveis liquefazem-se, formando partículas esféricas de cinzas com estrutura vítrea. Essas cinzas são classificadas em dois tipos: cinza volante (80%) e cinza pesada (20%) (Shukla *et al.*, 2023).

As cinzas volantes são utilizadas na indústria do cimento há mais de 50 anos, sendo empregadas como material cimentício suplementar, em substituição parcial ao cimento Portland, proporcionando melhorias na trabalhabilidade das misturas devido ao formato esférico de suas partículas (Uysal; Akyuncu, 2012). No contexto dos geopolímeros, as cinzas volantes são empregadas como fonte de aluminossilicatos, permitindo a incorporação de agregados à pasta, com ou sem o uso de aditivos (Hardjito; Rangan, 2005).

Quimicamente, as cinzas volantes são uma combinação de fases cristalinas e amorfas, compreendendo principalmente sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), hematita (Fe_2O_3), e cal (CaO), que reagem com os álcalis do ativador nos geopolímeros (Dlugokencki, 2022; Siqueira, 2011).

Classificadas com base na reatividade à cal, as cinzas volantes podem ser Cimentícias, Pozzolânicas, ou combinações de ambas (Shukla *et al.*, 2023). As propriedades físicas das cinzas volantes, como cor, densidade, tamanho e forma das partículas, influenciam o desenvolvimento das misturas e a resistência do aglomerante. Geralmente, as partículas são esféricas, sólidas ou ocas, vítreas e de formato esférico (Shukla *et al.*, 2023). A utilização de cinzas volantes na produção de geopolímeros é facilitada pela tecnologia geopolimérica, sendo uma alternativa considerada sustentável devido ao baixo custo e a baixa emissão de CO_2 (Zhuang, 2016).

Apesar do geopolímero à base de cinzas volantes ser um dos tipos mais populares e antigos de cimento geopolimérico, o geopolímero à base de cinzas volantes deve ser curado em alta temperatura para atingir sua resistência. O ganho de resistência do ligante geopolimérico à base de cinzas volantes é lento, resultado da baixa quantidade de óxido de cálcio encontrada nas cinzas volantes (Zakka *et al.*, 2021). Além disso, as cinzas volantes, por serem amplamente

utilizadas na produção do cimento Portland, não são mais vistas como um resíduo sem valor e com alta disponibilidade por vários países. Dessa forma, outros materiais têm sido usados para melhorar as propriedades da matriz cimentícia geopolimérica numa tentativa de auxiliar na cura ambiental e cobrir o custo e a disponibilidade dessa matéria-prima.

- Escória de Alto-forno

A escória de alto-forno, é um subproduto obtido no processo de fabricação de ferro gusa em alto-forno. Esse processo envolve o aquecimento do minério de ferro, calcário e coque a temperaturas extremamente elevadas, entre 1400 °C e 1600 °C (Bo *et al.*, 2021; Rashad, 2013). Essa condição extrema de temperatura resulta na fusão e subsequente resfriamento da mistura, gerando a escória como um resíduo.

Este material pode ser empregado de diferentes formas na construção civil, dependendo do processo de resfriamento e ativação a que é submetido. Quando resfriada lentamente, a escória cristaliza, assumindo uma forma mineralógica e química estável, sem atividade aglomerante (John, 1995; Martins, 2016). Contudo, se a temperatura de resfriamento for reduzida rapidamente, não há tempo para a formação de cristais, resultando em uma estrutura vítrea com capacidade aglomerante. Nesse caso, as escórias são chamadas de granuladas (John, 1995).

A característica distintiva das escórias de alto-forno é sua potencial reatividade para sofrer ativação alcalina e produzir geopolímeros. Isso se deve à microestrutura das escórias, que contém cerca de 95% de material vítreo, tornando-as adequadas para a síntese de geopolímeros (Fernández-Jiménez *et al.*, 2009).

A escória de alto-forno é composta principalmente por CaO, SiO₂, Al₂O₃, FeO e MgO, sendo que sua composição química e características mineralógicas sofrem influência das matérias-primas, equipamentos e processos. Esses fatores desempenham um papel crucial na determinação das propriedades dos geopolímeros, destacando a relevância da análise detalhada desses componentes para compreender o desempenho do material (Bo *et al.*, 2021).

Borges *et al.*, (2016) afirmam que materiais ricos em cálcio ativados alcalinamente produzem um gel de CaO–Al₂O₃–SiO₂ – H₂O (C-A-S-H), semelhante à composição da pasta de cimento Portland, cuja estrutura assemelha-se a um gel C-S-H. A inclusão de escória pode gerar benefícios diversos, tais como maiores resistências, melhor fluidez, redução de porosidade e permeabilidade, além de maior plasticidade e durabilidade (Mehta, 2018). Essa melhoria decorre da capacidade da escória de atuar como fonte de cálcio, preenchendo os

espaços vazios na estrutura e tornando-a mais compacta, o que resulta na diminuição da presença de poros, conforme discutido por Pinto (2006).

Desta forma, a produção de um geopolímero, a base de dois aluminossilicatos (um rico em cálcio) pode apresentar vantagens sobre a ativação de um único aluminossilicato isento de cálcio, tais como a aceleração da condensação (e conseqüentemente pega e endurecimento), melhor resistência residual após exposição a altas temperaturas, bem como melhora significativa na resistência mecânica (Borges *et al.*, 2016).

- Resíduo da mineração

Os resíduos de mineração, presentes em minas ou nas proximidades, constituem uma importante questão global, sendo volumetricamente um dos maiores fluxos de resíduos no mundo (Hudson-Edwards *et al.*, 2011). Esses resíduos, categorizados como estéreis e rejeitos, têm aumentado nas últimas décadas, representando desafios ambientais e de saúde, especialmente quando acumulados superficialmente (Mabroum, 2020). A atenção recente concentra-se nos resíduos gerados pela beneficiamento da indústria mineira, como os provenientes da industrialização do caulim no Brasil, que demanda estudos para aproveitamento racional desses rejeitos (Carvalho *et al.*, 2018).

O caulim, uma rocha composta principalmente pela caulinita, tem aplicações industriais variadas, destacando-se na indústria de papel. As maiores reservas de caulim no Brasil estão nos estados do Amazonas e Pará, representando 98,4% do total (Campos *et al.*, 2018). Apesar disso, a produção de caulim beneficiado em 2017 foi majoritariamente no Pará (Campos *et al.*, 2018).

Os caulins se categorizam conforme sua origem em depósitos primários ou secundários. Os caulins primários resultam da alteração *in situ* de rochas, como granito, mantendo o produto dessa transformação no local de formação. Já os depósitos secundários são sedimentares, originados do transporte de materiais de seu local de origem para deposição em lagos, depressões, rios de baixa correnteza e pântanos (Barata, 2007; Faria, 2019).

Entre as jazidas de caulim distribuídas globalmente, as mais economicamente viáveis são de origem sedimentar, comumente apresentando teores mais elevados de Fe e Ti em comparação aos caulins primários (residuais). Um exemplo notável desse tipo de depósito é o do Rio Capim, localizado na Amazônia, mais precisamente, no Estado do Pará (Barata, 2007).

A região do Rio Capim, no Nordeste do estado do Pará, ganha destaque nacional pelas vastas reservas de caulim destinadas à produção de papel. Situada entre a rodovia Belém-

Brasília (trecho entre Ipixuna do Pará e Mãe do Rio) e o médio curso do Rio Capim, essa área abriga o principal nível do minério, o caulim *soft*, a uma profundidade média de 20 metros. Este é recoberto por uma camada de caulim *flint* (CF), considerada estéril devido ao elevado teor de ferro, e sedimentos argiloarenosos subjacentes da Formação Barreiras (Carneiro *et al.*, 2003)

No processo de extração do caulim para posterior beneficiamento, descarta-se o CF, considerado um material estéril, sem valor agregado. Este é descartado por não se desmanchar na água, por apresentar uma dureza elevada e possuir coloração bege devido à maior concentração de hidróxidos e óxidos de ferro e a sua dureza (Barata, 2007; Júnior 2020). O CF é sobreposto ao caulim *soft* (CS), o minério de interesse para o beneficiamento na indústria de papel. Normalmente, as camadas de caulim *Flint* variam entre 6 a 10 metros, enquanto o caulim *soft* situa-se entre 4 a 7 metros. Estima-se que a quantidade de CF descartado seja pouco acima dos 50 milhões de toneladas. O CF é composto principalmente por caulinitas extremamente finas, variando de 0,2 a 0,8 μm , geralmente com baixa cristalinidade. (Arruda, 2022)

Além dos estéreis, o beneficiamento do caulim gera resíduos, incluindo grãos de quartzo provenientes do desareamento, cujo volume gerado pode variar de 8 a 30% do minério bruto, dependendo das características geológicas das jazidas. (Barata, 2007).

2.2.3. Ativadores

Para que ocorra a geopolimerização, é necessário a inserção do precursor de aluminossilicato em um meio aquoso altamente alcalino, conhecido como ativador (Provis; Bernal, 2014). Pesquisas anteriores, como os estudos de Palomo *et al.* (1999) e Van Jaarsveld *et al.* (1997), enfatizam que a geopolimerização é um processo químico que transforma estruturas vítreas em compósitos cimentícios, sendo necessária uma ativação alcalina em meio fortemente alcalino. A dissolução da sílica e da alumina, bem como a hidrólise das partículas das matérias-primas, é alcançada por meio de soluções alcalinas simples ou combinadas para ativação.

Tradicionalmente, os ativadores alcalinos mais utilizados são os hidróxidos (como NaOH, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, KOH) e silicatos (como Na_2SiO_3 e K_2SiO_3), podendo-se também empregar carbonatos e sulfatos (Provis; Bernal, 2014). Esses ativadores são essenciais no processo de dissolução dos aluminossilicatos amorfos, promovendo a policondensação de oligômeros e formando uma microestrutura compacta, com a escolha criteriosa desses materiais influenciando as propriedades químicas e físicas do material consolidado (Jindal *et al.*, 2023).

Logo, a seleção da natureza e concentração dos ativadores impacta a estrutura e as propriedades mecânicas dos produtos gerados durante a geopolimerização (Rocha *et al.*, 2018).

O emprego dos ativadores pode se dar de forma simples ou composta. A forma simples utiliza um único reagente, como hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio. Já a forma composta envolve a combinação de silicatos (líquidos ou sólidos dissolvidos em água) com hidróxidos (sólidos dissolvidos em água) (Criado *et al.*, 2005).

Os ativadores mais comuns incluem silicato de sódio, hidróxido de sódio ou uma combinação de hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio (NaOH, KOH), juntamente com silicato de sódio ou silicato de potássio. A mistura de hidróxido de sódio com silicato de sódio é considerada especialmente eficaz, proporcionando uma formulação que confere alta resistência e outras propriedades vantajosas (Rashad, 2013).

2.2.3.1. Hidróxidos Alcalinos

Os hidróxidos alcalinos desempenham um papel crucial na produção de geopolímeros, sendo geralmente produzidos eletroliticamente a partir de sais de cloreto (Provis e Bernal, 2014). Entre os hidróxidos alcalinos, o hidróxido de sódio (NaOH) é o mais comumente utilizado como ativador alcalino, devido à sua disponibilidade econômica e ampla disponibilidade, resultantes de seu baixo custo e baixa viscosidade (Provis e Bernal, 2014). Embora o hidróxido de potássio (KOH) tenha alguma aplicação em situações especializadas, o NaOH é preferido na síntese de geopolímeros devido à sua eficiência em dissolver monômeros de silicato e aluminato nos precursores de aluminossilicato, em comparação ao KOH (Ahmad *et al.*, 2021; Duxson *et al.*, 2007).

Pesquisas indicaram que a concentração de hidróxido de sódio desempenha um papel crucial na resistência à compressão e nos produtos de reação dos geopolímeros (Bidwe e Hamane, 2015; Phoo-Ngernkham *et al.*, 2015). Além disso, estudos de desenvolvimento destacaram melhorias significativas em propriedades como tempo de pega, condutividade, porosidade, abatimento, resistência à flexão e resistência à tração com o aumento da concentração de hidróxido de sódio (ASSI *et al.*, 2018).

Durante o processo de geopolimerização, a combinação de hidróxidos (sólidos dissolvidos em água) com silicatos (líquidos ou sólidos dissolvidos em água) é frequentemente empregada. Nessa abordagem, o silicato da solução atua como uma fonte adicional de SiO_2 , enquanto o hidróxido garante a alcalinidade necessária na solução (Lima, 2005). Essa

combinação de componentes desempenha um papel fundamental na formação e nas propriedades dos geopolímeros, contribuindo para a eficácia do processo.

2.2.3.2. Silicatos Alcalinos

As soluções de silicato, com sódio ou potássio como cátion alcalino, desempenham um papel crucial na ativação alcalina, sendo o silicato de sódio preferido em razão de sua maior resistência mecânica em comparação ao silicato de potássio, embora apresente menor resistência residual em altas temperaturas (Provis; Bernal, 2014; Trincal *et al.*, 2022).

O silicato de sódio (Na_2SiO_3) é a fonte complementar na reação de geopolimerização, formado pela reação entre carbonato de sódio e dióxido de silício quando fundidos. Essa substância, um sólido branco solúvel em água, gera uma solução alcalina que acelera a reação do geopolímero, induzindo a uma polimerização mais rápida e resultando em produtos de reação com maior teor de Si, contribuindo para a elevação da resistência mecânica (Partschefeld, 2020; Trincal *et al.*, 2022).

Os silicatos de sódio comerciais são amplamente utilizados como fonte suplementar de sílica solúvel na solução ativadora durante a produção de geopolímeros, promovendo a formação de uma estrutura compacta e densa, caracterizada por alta resistência mecânica (Apolonio *et al.*, 2020).

Livi (2013) destaca que o silicato de sódio na solução alcalina aumenta a disponibilidade de sílica para policondensação, eliminando a necessidade de cura térmica e proporcionando resultados superiores de resistência mecânica. Essas características fazem dos silicatos de sódio uma escolha relevante e eficaz na síntese de geopolímeros.

2.3. Produtos geopoliméricos

O termo “ligante” é a expressão utilizada para referir materiais que possuem capacidade de aglutinar outros materiais, normalmente sob a forma de partículas, e de ganhar coesão tornando-se um material sólido (Gomes *et al.*, 2013).

Os produtos mais desenvolvidos e aplicados, são os dispostos na forma de aglomerantes, que empregam principalmente argilominerais. Assim como o cimento Portland da indústria cimenteira tradicional, o cimento geopolimérico pode ser empregado como pasta, argamassa e concreto (Almeida, 2023)

Segundo Provis (2006), geopolímero é uma categoria de ligantes aluminossilicatos sintetizados pela interação de um material sólido aluminossilicato (precursor) e uma fonte de hidróxido de metal alcalino ou silicato (ativador). Provis (2006) também concorda que geopolímero é um ligante ideal para a substituição do cimento Portland comum em diversas aplicações.

No ramo da construção civil, os ligantes geopoliméricos são aplicados na produção de pastas, argamassas, concretos, peças pré-moldadas, em matrizes de baixa densidade e entre outros (Latella *et al.*, 2008; Provis, 2018).

A argamassa geopolimérica é um produto obtido pela combinação de um agregado miúdo com uma pasta geopolimérica, formada a partir da interação de um precursor e um ativador alcalino (Dlugokencki, 2022). Esse material tem se destacado como uma alternativa sustentável à argamassa de cimento tradicional, sendo impulsionado por necessidades de diversificação dos materiais utilizados na construção e pela crescente preocupação com o impacto ambiental (Wazien *et al.*, 2016). A principal característica das argamassas geopoliméricas é o seu componente ligante, que é baseado em materiais ricos em alumínio e silício, ativados por soluções alcalinas (Zhang *et al.*, 2018).

Tradicionalmente, a argamassa de cimento portland é amplamente utilizada como material de ligação comum e de reparos em estruturas de engenharia. No entanto, com o avanço dos estudos em materiais sustentáveis e a evolução das técnicas de preparação de geopolímeros, as argamassas geopoliméricas têm sido cada vez mais exploradas como uma substituta viável para as argamassa de cimento Portland em aplicações na construção civil construção (Zhang *et al.*, 2018). Esses materiais possuem características similares às argamassas de cimento, mas com um diferencial fundamental: enquanto as tradicionais utilizam cimento como ligante, as geopoliméricas empregam uma mistura de aluminossilicatos e uma solução alcalina como agente adesivo (Vickers *et al.*, 2015). Embora os agregados utilizados sejam semelhantes entre os dois tipos de argamassa, as diferenças no ligante resultam em propriedades distintas, como resistência, trabalhabilidade, durabilidade e sustentabilidade das argamassas geopoliméricas (Ganesh; Muthukannan, 2021; Singh *et al.*, 2015).

Essas particularidades fazem com que as argamassas geopoliméricas se tornem uma alternativa promissora para a construção civil, especialmente no contexto de materiais de construção "verdes", alinhando eficiência e menor impacto ambiental.

O concreto geopolimérico (CCG) representa uma evolução significativa no cenário da construção civil, oferecendo uma alternativa inovadora ao concreto convencional. Diferentemente do concreto tradicional, o CCG utiliza geopolímeros como aglomerante,

mantendo os agregados minerais padrão, como brita e areia (Botelho e Marchetti, 2018; Zhang *et al.*, 2020). Esse avanço é uma resposta à necessidade de diversificação de materiais na construção, aliada à preocupação ambiental, destacando-se como uma substituição promissora para o concreto de cimento convencional (Wazien *et al.*, 2016).

2.4. Aplicações dos geopolímeros

Os geopolímeros, inicialmente desenvolvidos como alternativa aos polímeros termofixos em aplicações resistentes ao fogo, consolidaram-se como protagonistas na construção civil (Salahuddin *et al.*, 2015). Sua ascensão nesse contexto deve-se ao potencial de substituir o concreto tradicional contendo cimento Portland, proporcionando propriedades mecânicas notáveis, durabilidade e aderência exemplar ao ferro e ao concreto convencional (Rocha *et al.*, 2018).

Contudo, a versatilidade dos geopolímeros ultrapassa as fronteiras da construção civil. Devido à sua notável resistência ao calor, esses materiais têm sido estudados como componentes essenciais em compósitos, encontrando aplicação em setores diversos. Destacam-se, por exemplo, nas indústrias automobilística e aeroespacial, onde a resistência ao calor é crucial, especialmente em aviões comerciais, plataformas marinhas, barcos e transportes terrestres, nos quais o risco de incêndio é uma consideração essencial no design, devido às saídas restritas (Davidovits, 2002).

Além das aplicações convencionais, os geopolímeros encontram espaço em aplicações especializadas. Podem ser empregados na imobilização de metais pesados e resíduos nucleares, em resinas e compósitos para proteção térmica de estruturas de madeira, no isolamento de áreas de aterro ou minas para prevenir a contaminação da água do solo e em compósitos com adição de fibras para melhorar a resistência ao calor em contextos como aviões comerciais, plataformas marinhas e barcos (Davidovits, 1991; Duxson *et al.*, 2007b; Provis; Bernal, 2014).

A tecnologia dos geopolímeros destaca-se em aplicações pré-moldadas, evidenciada na produção de elementos como travessas ferroviárias e tubulações de esgoto. Essa preferência advém da facilidade de manuseio de materiais sensíveis e do ambiente controlado de cura em alta temperatura. Esses materiais também encontram destaque na fabricação de elementos estruturais, como vigas, colunas e segmentos de túneis, devido à sua alta durabilidade e resistência, ideais para ambientes agressivos, como na produção de tubulações de esgoto (Ahmad *et al.*, 2021).

Estudos evidenciam a eficácia dos geopolímeros como materiais de reparo para infraestruturas rodoviárias, contribuindo para a resolução de desafios como buracos nos pavimentos (Yun, 2014).

Wilkinson *et al.* (2016) destacam o potencial revolucionário do concreto geopolimérico em aplicações de pavimentos rodoviários, apresentando-se como uma solução inovadora para reduzir custos associados à reparação ou substituição desses pavimentos.

A ampla utilização de geopolímeros é notável em diversos países, como Austrália, Canadá, Estado Unidos e também na Europa, aplicando-se em variados setores, incluindo ferrovias, painéis pré-fabricados de edificações, blocos, refratários, reparações de rodovias e obras de infraestrutura (Sonafrank, 2010). Na Austrália, destacando-se como líder em pesquisas sobre geopolímeros, evidencia-se não somente pela inovação, mas também pela liderança comercial, com empresas comercializando produtos geopoliméricos em larga escala, para projetos de infraestrutura civil (Froener, 2016). Além disso, nos Estados Unidos, empresas desenvolveram produtos de base geopolimérica para reparo e revestimento de estruturas de concreto deteriorado (Milliken, 2017).

Nesse contexto, o aeroporto Brisbane West Wellcamp, na Austrália, destaca-se como um exemplo emblemático ao empregar extensivamente o concreto geopolimérico, representando um marco significativo para essa classe de materiais. O aeroporto utilizou cerca de 40.000 m³ de concreto geopolimérico, aplicado em diversas áreas da pista, incluindo nos bueiros pré-moldados e na ponte de entrada (Figura 2) (Glasby *et al.*, 2015).

Figura 2- (a) Pista de aeroporto Brisbane West Wellcamp Airport; (b) Pontes de entrada do aeroporto.



(a)

(b)

Fonte: Adaptado de Glasby *et al.* (2015).

Adicionalmente, o Edifício Global Change Institute na University of Queensland também figura como mais um exemplo de projetos de grande porte, construído com lajes pré-moldadas de concreto geopolimérico à base de escória/cinza volante. Este centro de pesquisa, inaugurado em 2013, é um referencial em construção sustentável, composto por lajes de 10,5 metros de comprimento em três andares, totalizando 33 painéis. O acabamento do próprio material garantiu a aparência estética, sem a necessidade de aplicação de pintura (Figura 3) (Davidovits, 2013).

Figura 3- (a) Fachada do edifício Global Change Institute na University of Queensland; (b) Interior do edifício.



(a)

(b)

Fonte: Davidovits (2013).

A variedade de aplicações dos materiais geopoliméricos inclui materiais de construções e pavimentação, resistentes ao fogo, artefatos de decoração, isolantes térmicos, telhas de cerâmica, itens refratários, materiais de fundição, compósitos para interiores de aeronaves e automóveis, sistemas de resinas de alta tecnologia, barreiras de contenção para resíduos tóxicos e radioativos, além de servirem como matéria-prima para arte e decoração de patrimônio cultural, arqueologia e história das ciências (Davidovits, 2008).

Os geopolímeros, destacam-se como protagonistas em diversas áreas além da construção civil. Sua aplicação diversificada, desde aeroportos e edifícios sustentáveis até projetos de imobilização de resíduos nucleares, destaca seu papel essencial em soluções inovadoras e sustentáveis para desafios contemporâneos. Sua pegada ambiental positiva, combinada com propriedades técnicas superiores, os posiciona como alternativas atrativas em comparação com o cimento Portland (Dlugokencki, 2022; Duxson *et al.*, 2007b; Jindal, 2023).

Com base nos aspectos abordados nesta revisão bibliográfica, foram apresentados os conceitos fundamentais sobre os geopolímeros, incluindo suas características, propriedades e potenciais aplicações, bem como a relevância do uso de matérias-primas alternativas, como o caulim, o metacaulim e resíduos industriais, incluindo a escória de alto-forno. A compreensão

detalhada desses materiais, aliada à análise dos ativadores utilizados no processo de síntese, fundamenta a base teórica necessária para o desenvolvimento deste trabalho. A seguir, na seção de Materiais e Métodos, serão descritos os procedimentos adotados para a preparação, caracterização e avaliação das argamassas geopoliméricas produzidas, utilizando os resíduos da região amazônica.

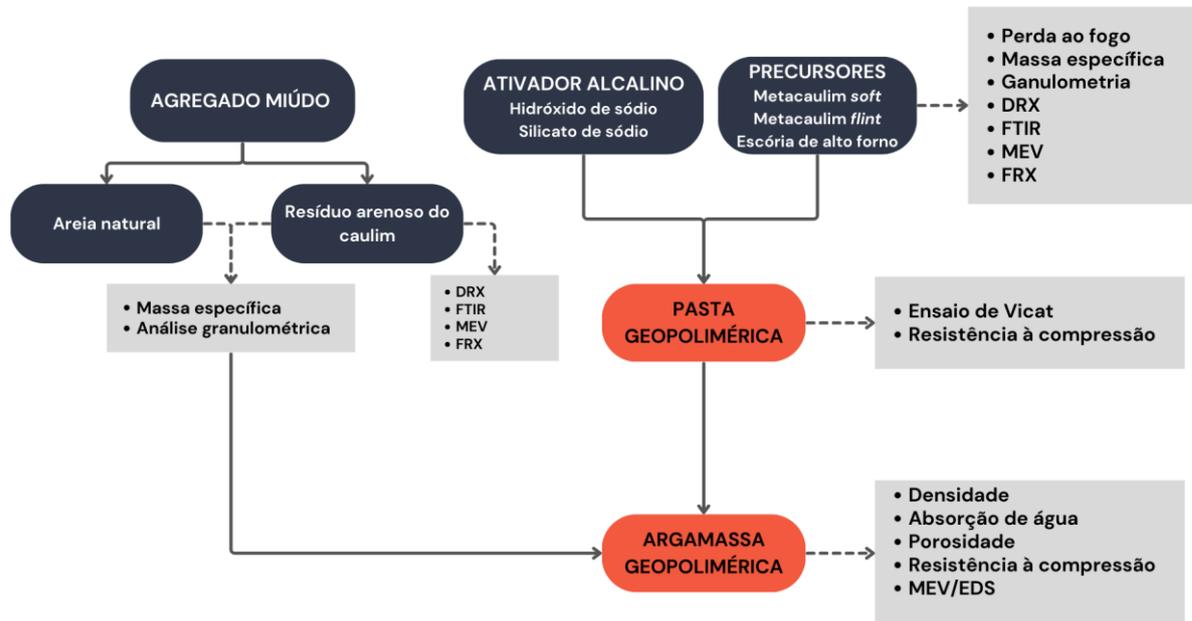
3. MATERIAIS E MÉTODOS

A pesquisa foi conduzida no Laboratório de Práticas Tecnológicas da Universidade Federal do Pará (LAPTec - UFPA), campus Ananindeua. Dada a ausência de normas específicas para a caracterização de geopolímeros, as metodologias aplicadas foram fundamentadas em informações encontradas na literatura, assim como nas normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) voltadas para o cimento tipo Portland.

3.1. Programa experimental

O procedimento experimental proposto abrange três fases distintas: (1) Seleção caracterização das matérias-primas; (2) produção das pastas geopoliméricas e (3) produção da argamassas geopoliméricas. Estas etapas são interligadas e estão delineadas na Figura 4, que correlaciona cada atividade realizada com os principais testes e análises conduzidos.

Figura 4 - Fluxograma da metodologia experimental.



Fonte: Autora (2025)

A programação experimental deste estudo teve início com a seleção e caracterização dos materiais de partida empregados para a produção do cimento geopolimérico, juntamente com a determinação de suas proporções, destinados à formulação das pastas geopoliméricas. Os componentes escolhidos compreendem metacaulim *soft*, metacaulim *flint*, escória de alto-forno, hidróxido de sódio e silicato de sódio.

Após essa fase inicial, as pastas foram submetidas ao ensaio mecânico de resistência à compressão, com o objetivo de determinar o percentual ideal de substituição do metacaulim *soft* pelo metacaulim *flint*. Os percentuais de substituição variaram de 0% a 100%, em incrementos de 10%. Após a determinação do melhor percentual de substituição, foi realizado o ensaio no estado fresco da pasta, de tempo de pega, visando analisar a influência do resíduo nesse parâmetro. Com base nos resultados obtidos, foi possível avançar para a próxima etapa do programa experimental.

Na etapa seguinte, foram produzidas argamassas geopoliméricas, utilizando a formulação que apresentou o melhor desempenho de resistência à compressão nos ensaios realizados com as pastas. Inicialmente, definiu-se o traço a ser utilizado, bem como os teores de substituição da areia pelo resíduo arenoso do caulim. Posteriormente, as argamassas foram produzidas, e os ensaios pertinentes foram realizados para avaliar o uso potencial do resíduo

como agregado miúdo. Foram avaliadas as propriedades mecânicas, os índices físicos de absorção de água, porosidade e massa específica, além da análise morfológica.

3.1.1. Variáveis fixas

Considerando a natureza comercial do material em desenvolvimento e com o objetivo de garantir a uniformidade das amostras, foram fixados parâmetros específicos. Essa medida teve como finalidade evitar interferências no escopo real do estudo. Em relação às dosagens, os elementos mantidos constantes foram a concentração alcalina do hidróxido de sódio (NaOH), estabelecida em 10M, a proporção dos componentes da solução alcalina, definida pela razão $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH} = 1,89$, a temperatura de cura, fixada em 25 °C, assim como a temperatura e o tempo de calcinação dos materiais cauliníticos, estabelecidos em 850 °C por 2 horas.

3.2. Materiais

Os materiais utilizados para a preparação dos produtos geopoliméricos serão abordados nos tópicos subsequentes.

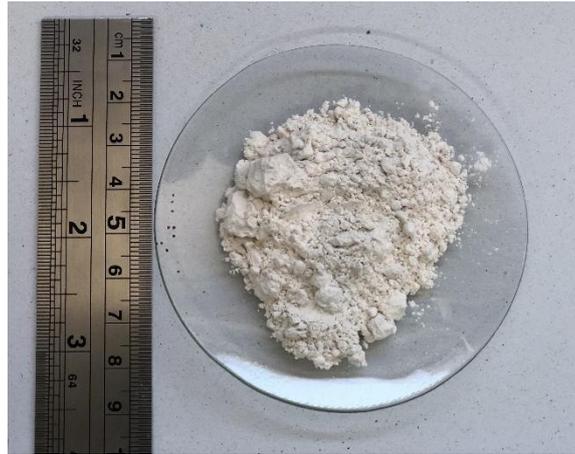
Com o intuito de facilitar a compreensão, os materiais foram categorizados de acordo com sua aplicação nos geopolímeros, sendo classificados como precursor, ativador e agregado.

3.2.1. Precursor

3.2.1.1. Metacaulim *soft*

Para a produção dos cimentos geopoliméricos, foi utilizado, como um dos materiais precursores, o metacaulim, denominado nesta pesquisa como metacaulim soft (MS), proveniente do caulim soft, que atua como fonte de silício e alumínio. O material foi adquirido comercialmente na forma de caulim, fornecido pela empresa de tintas Vivace, de Belém/PA. A transformação do caulim em metacaulim foi realizada em laboratório, seguindo o procedimento de calcinação descrito na seção 3.3.1.1. A Figura 5, abaixo, mostra o metacaulim soft utilizado neste processo.

Figura 5- Metacaulim soft.



Fonte: Autora (2025)

3.2.1.2. Metacaulim *flint*

O metacaulim proveniente do caulim *flint*, denominado neste trabalho de metacaulim *flint* (MF) é outra matéria-prima a ser utilizada como precursor no geopolímero. O caulim *flint* é um depósito de caulim que se encontra na formação Ipixuna e que não atende aos interesses comerciais, se tornando um passivo gerado da lavra mineral. Foi entregue na forma de torrões, com aproximadamente 25% de umidade. Antes de ser calcinado, o caulim *flint* passou pelo processo de beneficiamento. Os detalhes desse processo estão descritos na seção 3.3.1.2. A Figura 6 apresenta o caulim *flint in natura* e metacaulim *flint* após o beneficiamento.

Figura 6- (a) Caulim *flint in natura* (b) MF após o beneficiamento.



(a)

(b)

Fonte: Autora (2025).

3.2.1.3. Escória de alto-forno

A escória utilizada neste trabalho, cuja nomenclatura adotada será "escória de alto-forno", é a Escória Granulada de Alto-forno, proveniente de uma Siderúrgica, localizada no município de Marabá, Sudeste do estado do Pará. O resíduo é empregado no geopolímero como fonte de cálcio, visando aprimorar o material ligante. A escória foi adquirida comercialmente em grânulos, e o processo de cominuição foi realizado em laboratório, conforme descrito na Seção 3.3.1.3. A Figura 7, apresentada abaixo, exhibe a escória antes e após o beneficiamento.

Figura 7- (a) Escória de alto-forno in natura (b) Escória de alto-forno após o beneficiamento.



(a)

(b)

Fonte: Autora (2025).

3.2.2. Ativadores

3.2.2.1. Hidróxido de Sódio

Para promover a ativação alcalina da reação, optou-se pelo uso do hidróxido de sódio (NaOH) proveniente de uma empresa local. Essa escolha fundamenta-se no fato de que o NaOH demonstra maior eficiência na dissolução de monômeros de silicato e aluminato nos precursores de aluminossilicato (Duxson *et al.*, 2007). O NaOH é disponibilizado em forma de pastilhas anidras com 97,5% de pureza, apresentando as características descritas na Tabela 1.

Tabela 1- Características do NaOH.

ESPECIFICAÇÕES	
Cor	Branca
Estado Físico	Escamas
Cloreto de Sódio	0,03%
Carbonato de Sódio	0,6%
Solubilidade em Água	Total

Fonte: Fabricante.

3.2.2.2. Silicato de Sódio

Como fonte adicional de silício, utilizou-se Silicato de Sódio Alcalino (Na_2SiO_3), adquirido de uma empresa local, como componente do ativador alcalino. Essa escolha deve-se ao fato de que a combinação de hidróxido de sódio com silicato de sódio tem sido amplamente reconhecida como a mais eficaz na ativação, proporcionando a melhor formulação para alta resistência, durabilidade e outras propriedades vantajosas (Rashad, 2013). Suas características estão detalhadas na Tabela 2.

Tabela 2- Características do Silicato de Sódio.

ESPECIFICAÇÕES	
pH	11 - 13
SiO_2	56 – 60%
Na_2O	23 – 26%
Relação $\text{SiO}_2/ \text{Na}_2\text{O}$	2,28 – 2,4%
Cor	Branco
Umidade	10%
Estado Físico	Pó
Massa Específica	26 g/cm^3
Solubilidade em Água	Total

Fonte: Fabricante.

3.2.3. Agregado Miúdo

3.2.3.1. Areia

Para a produção das argamassas, optou-se pela utilização de areia comercial como agregado miúdo, com granulometria passante na peneira com abertura de malha de 4,75 mm, originária da região Metropolitana de Belém. As partículas foram devidamente lavadas e secas

em estufa a uma temperatura de 100 ± 5 °C por 24 horas, conforme estabelecido pela norma ABNT NBR 7211:2022 - Agregados para concreto, para posterior utilização.

3.2.3.2. Resíduo Arenoso do Caulim

Como agregado, optou-se pelo resíduo arenoso (Figura 8), denominado neste estudo como resíduo arenoso do caulim (RAC), proveniente do processo de beneficiamento do caulim nos depósitos do vale médio do Rio Capim, localizados no município de Ipixuna do Pará, na região nordeste do Estado do Pará. Esse resíduo foi considerado como um potencial substituto da areia. O material foi fornecido com uma umidade aproximada de 10%. Devido às suas características visuais, o resíduo se destacou como uma alternativa promissora à areia comum utilizada em argamassas e concretos. Para confirmar sua viabilidade como substituto, ensaios específicos foram realizados. Antes de ser submetido aos testes de caracterização, o material passou por um processo de secagem em estufa, durante 24 horas, a uma temperatura de ($100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$).

Figura 8- Resíduo de arenoso de caulim



Fonte: Autora (2025).

3.2.4. Água

A água utilizada é originária do sistema de abastecimento da cidade de Ananindeua. Dado o seu caráter como um recurso público, passa por um processo de tratamento em conformidade com os padrões estabelecidos na Portaria nº 5 do Ministério da Saúde, que regulamenta os critérios nacionais para tal procedimento. (Brasil, 2015).

3.3. Métodos

Neste tópico, são apresentados os métodos e equipamentos utilizados nos ensaios, bem como as diferentes etapas e a sequência de desenvolvimento do estudo, que contempla todas as análises executadas.

3.3.1. Beneficiamento das matérias-primas

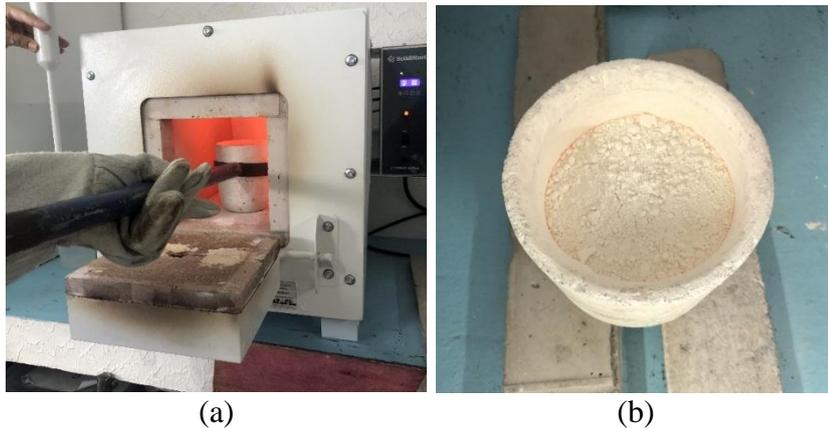
3.3.1.1. Calcinação do Caulim

A definição da temperatura de calcinação do caulim a 850 °C por um período de duas horas foi fundamentada no estudo abrangente conduzido por Wang *et al.* (2008), que investigou diversas faixas de tempo e temperatura. Além disso, esta pesquisa também incorporou as conclusões de Araújo *et al.* (2021) e Almeida (2023) consolidando assim a escolha desses parâmetros para o processo de calcinação.

O processo de calcinação do caulim soft ocorreu da seguinte forma: inicialmente, o forno do tipo mufla, da marca SolidSteel e com capacidade de aquecimento de até 1200 °C foi pré-aquecido até atingir a temperatura de 850 °C. Em seguida, um cadinho refratário contendo uma quantidade específica de caulim foi inserido no forno para iniciar o processo de calcinação. O caulim permaneceu no forno por um período de 2 horas. Ao completar esse tempo, o cadinho foi removido e reservado para permitir o resfriamento até atingir a temperatura ambiente, levando aproximadamente 1 hora.

Ao finalizar esse processo, o material resultante, agora transformado em metacaulim, ficou pronto para ser utilizado como precursor nos geopolímeros. Essas etapas do processo são ilustradas na Figura 9, que apresenta a inserção do cadinho com caulim no forno preaquecido, e o resfriamento do cadinho com a obtenção do metacaulim. Todo o processo de calcinação, assim como todo o beneficiamento dos materiais subsequentes, foram realizados no Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA – Campus Ananindeua

Figura 9- Calcinação: (a) Inserção do cadinho com caulim no forno preaquecido (b) Obtenção do metacaulim.



Fonte: Autora (2025).

3.3.1.2. Beneficiamento do Caulim *flint*

A etapa de beneficiamento do caulim *flint* teve início com o recebimento do material em forma de torrões, contendo 25% de umidade. Inicialmente, realizou-se um prévio destorroamento manual do material, seguido pela disposição em bandejas, as quais foram inseridas em uma estufa da marca Quimis. Nessa fase, o material foi submetido a secagem a uma temperatura de 100 ± 5 °C, por 24 horas, visando a eliminação da umidade presente.

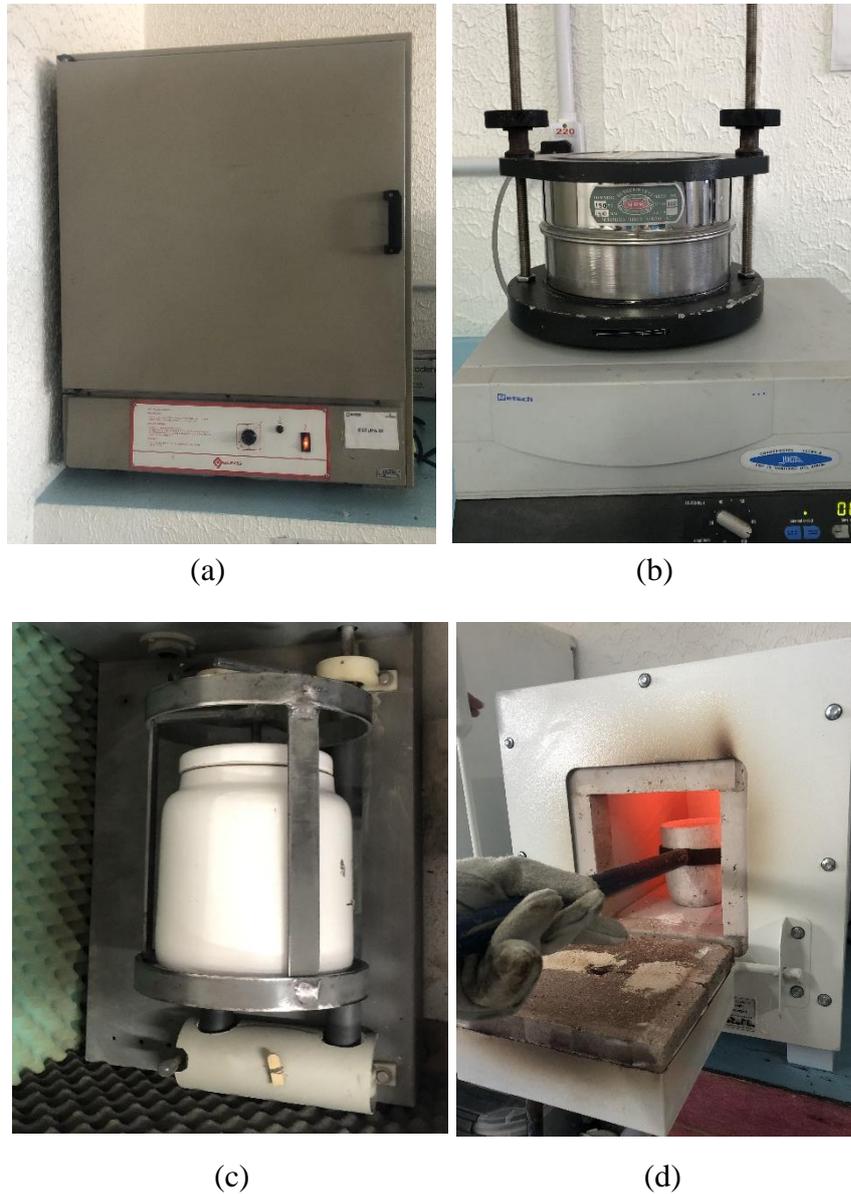
Após a secagem, o material passou pelo processo de moagem em um moinho de jarro da marca Marconni, disponível no Laboratório de práticas tecnológicas da UFPA, durante um período de 1 hora. A moagem visou principalmente a redução do tamanho dos torrões, pois esse material já estava finamente dividido nos depósitos. O jarro do moinho, com capacidade de 4,5 litros, foi preenchido com 1/3 do seu volume, pela amostra a ser moída. Durante a moagem, foram utilizadas bolas de alumina, 7 bolas nos tamanhos de 40 mm e 11 bolas de 20 mm.

Posteriormente, o caulim *flint* foi submetido a um peneiramento em agitador mecânico utilizando uma peneira de #100 Mesh (0,150 mm). Finalizado o processo, o caulim passante na peneira descrita, foi calcinado em um forno do tipo mufla, o mesmo utilizado no processo do caulim *soft*, a uma temperatura de 850 °C por duas horas. Essas etapas são apresentadas na Figura 10, que ilustra o sequenciamento do beneficiamento.

A escolha da temperatura de calcinação do caulim *flint* a 850 °C por um período de duas horas foi fundamentada em considerações tanto da literatura existente, como em estudos desenvolvidos por Zhang *et al.* (2016) e Santana (2024) visando otimizar a reatividade do material, quanto da necessidade de estabelecer parâmetros fixos para comparação com o caulim

soft, visto que a uniformidade nas condições de calcinação entre o caulim *flint* e o caulim *soft* permite uma avaliação mais precisa das propriedades resultantes e facilita a comparação direta entre os dois materiais.

Figura 10 – Beneficiamento do caulim flint: (a) estufa utilizada para secar o material; (b) material sendo peneirado; (c) moinho de jarro onde foi feita a moagem; (d) material sendo inserido no forno mufla para calcinação.



Fonte: Autora (2025).

3.3.1.3. Beneficiamento da Escória de Alto-forno

O beneficiamento da escória de alto-forno iniciou-se com sua secagem em estufa (a mesma utilizada para secagem de todos os outros materiais), por 24 horas, a uma temperatura controlada de 100 ± 5 °C. Após esse processo, a escória foi submetida à cominuição no mesmo

moinho de jarro citado anteriormente, durante um tempo padronizado de 1 hora e 30 minutos para cada 500 gramas de escória. Após a cominuição, para alcançar a granulometria desejada, o material foi classificado na peneira de #200 mesh (abertura de 75 μm). A matéria-prima utilizado nos ensaios foi o que passou pela peneira de 75 μm , uma vez que a finura do cimento Portland é determinada pela NBR 11579:2013 - Cimento Portland - Determinação da finura por meio da peneira 75 μm , nessa mesma peneira.

3.3.2. Caracterização física das matérias-primas

3.3.2.1. Perda ao fogo

A determinação da perda ao fogo (PF) foi conduzida de acordo com a norma ABNT NBR NM 18 (2012) - Cimento Portland – Análise Química – Determinação de Perda ao Fogo. Utilizou-se um forno do tipo mufla. As amostras de caulim *soft* e caulim *flint* foram pesadas em 5,000 g \pm 0,0001 g e colocadas em cadinhos de porcelana. Em seguida, foram calcinadas no forno mufla a uma temperatura entre (950 \pm 50) °C por 50 minutos. Após o resfriamento, as amostras foram pesadas novamente para determinar o peso final (perda de massa ou perda ao fogo). A perda ao fogo foi calculada de acordo com a Equação 1.

Esta análise foi realizada no Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA, localizado no *campus* de Ananindeua.

$$PF = \left(\frac{M_1 - M_2}{M} \right) \cdot 100 \quad \text{Equação 1.}$$

Onde:

PF é a perda ao fogo, em percentual (%)

M₁ é a massa do cadinho mais a massa da amostra ensaiada, em gramas;

M₂ é a massa do cadinho mais a massa da amostra após a calcinação, em gramas;

M é a massa da amostra utilizada no ensaio, em gramas.

3.3.2.2. Massa específica

3.3.2.2.1. Massa específica dos precursores

A determinação da massa específica das matérias-primas foi realizada de acordo com a ABNT NBR 16605:2017 - Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica. Para isso, um frasco de Le Chatelier foi preenchido com xilol e colocado em um banho termorregulador até atingir o equilíbrio térmico, o que ocorreu em aproximadamente 30 minutos. Em seguida, foi feita a leitura inicial da temperatura e do volume do líquido. Uma quantidade de 60g das respectivas amostras foi pesada e transferida para o frasco de Le Chatelier, registrando-se a leitura final da temperatura e do nível do líquido. A diferença de temperaturas do banho termorregulador durante as determinações dos volumes do líquido foi inferior a 0,5 °C. A massa específica foi calculada conforme a Equação 2. As determinações da massa específica foram realizadas em triplicata, e os resultados foram obtidos pela média aritmética dos valores.

$$\rho = \frac{m}{(V_f - V_i)} \quad \text{Equação 2.}$$

Onde:

- ρ é a massa específica em gramas/cm³;
- m é a massa da amostra, em gramas;
- V_f é o volume final, em cm³;
- V_i é o volume inicial em cm³.

3.3.2.2.2. Massa específica dos agregados

A determinação da massa específica e massa específica aparente do agregado miúdo foi realizada de acordo com a ABNT NBR NM 52 (2013) Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente. Para isso, utilizou-se um frasco de Chapman, que foi preenchido com água destilada e colocado em temperatura ambiente. Inicialmente, foi feita a pesagem da amostra seca de agregado miúdo, utilizando uma quantidade de 500 g. O material foi então colocado no frasco de Chapman, que foi preenchido com água destilada até atingir o nível adequado. A leitura do volume da água foi feita antes e depois de adicionar o agregado, permitindo calcular o volume ocupado pelo material. A massa específica foi calculada conforme a Equação 3.

$$\rho = \frac{m}{(V_f - V_i)} \quad \text{Equação 3.}$$

Onde:

ρ é a massa específica em gramas/ cm^3 ;

m é a massa da amostra, em gramas;

V_f é o volume final, em cm^3 ;

V_i é o volume inicial em cm^3 .

3.3.2.3. Análise granulométrica por difração a laser

O ensaio de análise granulométrica a laser dos materiais precursores foi realizado no Centro de Tecnologia Mineral Prof. José Yvan Pereira Leite - IFRN, localizado em Currais Novos - RN, no Laboratório de Análises Mineraias, utilizando o Granulômetro a Laser da marca Malvern Panalytical, modelo Mastersizer 3000E, com faixa granulométrica de 0,1 a 3000 microns. A amostra foi introduzida no equipamento em pequenas quantidades, através de um sistema de mangueiras, em suspensão líquida. Para garantir a precisão dos resultados, a análise foi realizada em triplicata. O software Mastersizer 3000, de fácil operação, solicitou informações sobre as características da amostra para otimizar a leitura dos grãos. Ao final de cada ciclo de análise, o equipamento realiza uma rinçagem obrigatória das mangueiras, assegurando sua limpeza e evitando contaminação para futuras medições.

3.3.2.4. Análise Granulométrica dos Agregados

A análise granulométrica dos agregados miúdos foi conduzida conforme os procedimentos descritos na ABNT NBR 17054 (2022) - Agregados - Determinação da composição granulométrica - Método de ensaio. A análise granulométrica é essencial para garantir a distribuição adequada dos tamanhos de grãos dos agregados, impactando diretamente a trabalhabilidade e a resistência da mistura, além de otimizar o consumo de cimento e a porosidade.

A composição granulométrica dos agregados foi determinada pelo peneiramento de amostras representativas em uma sequência de peneiras dispostas da maior abertura para a menor, conforme a norma. As amostras foram secas em estufa a 100 ± 5 °C por 24 horas. Em

seguida, dois lotes de amostras foram preparados para cada tipo de agregado: dois lotes contendo 0,3 kg de areia e dois com 0,3 kg de resíduo do beneficiamento do caulim. Após essa etapa, a agitação mecânica foi realizada no agitador do laboratório, utilizando o conjunto de peneiras da série normal, por um período adequado para a separação e classificação dos diferentes tamanhos de grãos. Por fim, os materiais retidos em cada peneira foram pesados e registrados individualmente. Com base nos resultados obtidos, a curva granulométrica, a dimensão máxima característica e o módulo de finura dos agregados foram determinados.

Além disto, para uma análise mais completa do resíduo arenoso de caulim, foi realizado o ensaio de análise do tamanho de partículas pelo método de difração a laser. Ensaio este descrito no tópico 3.3.2.3. Com base nos resultados obtidos, a curva granulométrica, a dimensão máxima característica e o módulo de finura dos agregados foram determinados.

3.3.3. Caracterização química e mineralógica das matérias-primas

3.3.3.1. Fluorescência de Raios-X (FRX)

A análise química semiquantitativa foi realizada utilizando a técnica de espectrometria por fluorescência de raios-X (FRX). O ensaio teve como objetivo determinar o percentual, em óxidos, das matérias-primas (metacaulim *soft*, metacaulim *flint*, escória de alto-forno e resíduo arenoso do caulim). Para isso, foi utilizado o espectrômetro de bancada de Energia Dispersiva (EDX) da marca Thermo Fisher Scientific, modelo ARL QUANT'X, com o método a vácuo para leitura de elementos leves. As análises foram conduzidas no Laboratório de Análises Mineralis, do Centro de Tecnologia Mineral Prof. José Yvan Pereira Leite - IFRN, localizado em Currais Novos - RN.

3.3.3.2. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise por FTIR foi realizada no Laboratório de Física da UFPA, utilizando um espectrômetro Thermo Electron, modelo Nicolet S10. As amostras em pó das matérias-primas caulim *soft*, metacaulim *soft*, caulim *flint*, metacaulim *flint* e escória de alto-forno foram submetidas a varredura espectral de infravermelho médio, com 32 varreduras ao longo do intervalo de números de onda de 4000 a 400 cm^{-1} e resolução de 4 cm^{-1} .

Esta técnica permitiu a avaliação do grau de desordem das bandas características dos materiais, contribuindo para uma compreensão detalhada de suas propriedades químicas.

3.3.3.3. Difractometria de Raios - X (DRX)

As análises por difração de raios-X foram conduzidas na cidade de Marabá/PA, utilizando um difratômetro da marca Shimadzu, modelo XRD-7000. O equipamento é equipado com um tubo metálico de cobre e é capaz de realizar a varredura angular de 10 a 120°. Por meio desta técnica, foram identificados os minerais e suas composições mineralógicas presentes no caulim *soft*, metacaulim *soft*, caulim *flint*, metacaulim *flint*, escória de alto-forno e resíduo arenoso do caulim. Para a identificação das fases minerais nas amostras, foi empregado o software X'pert High Score Plus, desenvolvido pela empresa Panalytical.

Essa análise permitiu uma caracterização detalhada das fases mineralógicas presentes nas amostras a partir das estruturas cristalinas, além de confirmar a natureza amorfa dos metacaulins e da escória de alto-forno.

3.3.3.4. Análise morfológica

As análises morfológicas foram realizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram realizadas no Laboratório Institucional de Microscopia Eletrônica de Varredura do Museu Paraense Emílio Goeldi. Utilizou-se um microscópio eletrônico da marca TESCAN, modelo Mira3, equipado com canhão de elétrons tipo EFG (emissão de campo) e um sistema de análise de dispersão de energia (EDS) da marca OXFORD INSTRUMENTS X-MANN.

Essas análises permitiram a caracterização detalhada da morfologia das matérias-primas. As imagens foram capturadas em diferentes ampliações para uma análise comparativa entre as amostras.

3.3.4. Produção das pastas e argamassas

3.3.4.1. Produção da pasta de cimento geopolimérico

A escolha da formulação para a produção das pastas geopoliméricas baseou-se no estudo de Cruz (2023). Dentre as variações de percentual de escória de alto-forno (EAF) testadas (0%, 10%, 20%, 30%, 35%, 40%, 45%, 50%, 55% e 60%), a formulação com 35% de EAF apresentou a melhor resistência à compressão (36 MPa). Além disso, testes com diferentes concentrações alcalinas revelaram que uma concentração de NaOH de 10 molar proporcionou

a melhor resistência à compressão. A proporção dos componentes da solução alcalina foi estabelecida como razão $\text{Na}_2\text{SiO}_3 / \text{NaOH} = 1,89$.

Com o objetivo de encontrar o percentual ideal de substituição do metacaulim *soft* pelo metacaulim *flint* na matriz geopolimérica, foram realizados testes de formulações variando a adição de metacaulim *flint* em 0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90% e 100% em relação à massa seca de metacaulim *soft*, na formulação pré-determinada.

Para produção da pasta geopolimérica, o procedimento de mistura foi baseado no utilizado por Almeida (2023). Inicialmente, preparou-se a solução ativadora, dissolvendo manualmente o hidróxido de sódio em água e reservando-a para completar a reação exotérmica. Após o resfriamento, o hidróxido de sódio dissolvido foi adicionado ao silicato de sódio em recipiente plástico, sendo misturado até total homogeneização. Em seguida, os pós dos precursores – metacaulim *soft*, metacaulim *flint* e escória de alto-forno – foram misturados em um recipiente plástico com tampa até alcançarem aspecto uniforme, de acordo com cada formulação. A mistura da solução com os pós dos precursores foi realizada em um misturador mecânico de bancada, dividindo-se as partes sólida e líquida em duas metades para mistura em um tempo máximo de 3 minutos. A pasta geopolimérica foi preparada no Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA (Ananindeua) para o ensaio de caracterização mecânica, através do ensaio de resistência a compressão axial.

3.3.4.2. Preparação da argamassa geopolimérica

A etapa experimental da dissertação abordará a produção de argamassa geopolimérica, uma combinação da pasta com o agregado miúdo. A escolha do traço utilizado foi baseado em um estudo prévio de Almeida (2023), que investigou o percentual ideal de areia na mistura para a produção da argamassa geopolimérica. Este estudo envolveu adições de 20%, 30%, 40%, 50%, 60% e 70% em relação à massa seca de metacaulim e escória de alto-forno, revelando que o percentual de 40% apresentou o melhor desempenho mecânico.

Para avaliar o potencial de substituição da areia pelo resíduo arenoso do caulim, foram testados percentuais de substituição de 0, 25, 50, 75 e 100%. A escolha desses percentuais foi baseada em um critério de abrangência, permitindo analisar os efeitos de substituições graduais até sua totalidade nas propriedades dos materiais. A variação de 0 a 25% oferece uma visão inicial das mudanças, enquanto os valores de 50%, 75% e 100% permitem avaliar os impactos de substituições mais significativas. Os procedimentos de mistura para cada formulação da argamassa geopolimérica foram realizados utilizando um misturador mecânico de bancada

disponível no laboratório de práticas da UFPA - Campus Ananindeua. Este processo garantiu a homogeneização adequada dos materiais e a reprodução consistente das diferentes formulações de argamassa para fins experimentais.

3.3.5. Confeção dos corpos de prova

No total, foram moldados 50 corpos de prova cilíndricos de pasta geopolimérica para a realização do ensaio de resistência à compressão axial. Adicionalmente, foram moldados 30 corpos de prova cilíndricos de argamassa geopolimérica, destinados tanto ao ensaio de resistência à compressão axial quanto à execução dos ensaios físicos. A preparação dos corpos de prova seguiu o procedimento descrito na ABNT NBR 5738 (2016) - Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpo de prova, adaptado para as características específicas das pastas e argamassas.

O procedimento de moldagem consistiu inicialmente no revestimento dos moldes metálicos internamente com uma fina camada de óleo desmoldante. Em seguida, os moldes foram preenchidos manualmente e compactados mecanicamente por meio de um agitador mecânico, garantindo a completa expulsão de eventuais bolhas de ar. Por fim, os moldes foram nivelados superficialmente com uma régua metálica e colocados sobre uma superfície horizontal rígida, livre de vibrações.

Passado o período de 24 horas de cura inicial, conforme estabelecido pela norma, os corpos de prova foram desmoldados e separados para a cura final de 7 dias em temperatura ambiente.

Para as pastas geopoliméricas, foram confeccionados 5 corpos de prova com dimensões de (Ø25 mm x 50 mm), para cada formulação. De forma semelhante, para cada formulação da argamassa geopolimérica foram moldados 6 corpos de prova cilíndricos com dimensões de (Ø50 mm x 100 mm), 3 corpos de prova para o ensaio de resistência a compressão e 3 corpos de prova para o ensaio físico de absorção de água. Decorridos 7 dias de cura à temperatura ambiente, os CP's foram regularizados em sua superfície utilizando uma lixadeira politriz de velocidade variável e por fim, foram submetidos aos ensaios pré-determinados.

3.3.6. Ensaio no estado fresco

3.3.6.1. Tempo de pega

Para determinar os tempos de início e fim de pega das pastas geopoliméricas, foi empregado o método da agulha de Vicat, conforme estabelecido pela norma ABNT NBR 16607 (2018) - Cimento Portland - Determinação dos Tempos de Pega. O procedimento envolveu o uso do aparelho de Vicat (Figura 11), composto por um tronco de cone com altura de 4 cm e diâmetro de 8 cm, juntamente com uma agulha de 1 mm de diâmetro, na qual a pasta de cimento foi depositada.

A preparação da amostra seguiu o método definido na seção 3.3.4.1. Após o preparo, a mistura foi disposta no tronco-cônico, e as medições foram realizadas a cada 5 minutos para determinar os tempos de início e fim de pega. O tempo de início de pega (T_i) foi determinado a partir do momento em que a mistura foi iniciada até quando a agulha de Vicat penetrava na massa e estacionava a 6 ± 2 mm da base do molde tronco-cônico. Já o tempo de fim de pega (T_f) correspondia ao intervalo decorrido desde o início da mistura até o momento em que a agulha de Vicat penetrava 0,5 mm no material. O ensaio foi realizado com pastas geopoliméricas produzidas com o metacaulim *soft* e com o metacaulim *flint*, para título de comparação e análise da influência que cada matéria-prima exerce no parâmetro que está sendo analisado. O ensaio foi realizado em triplicata para obtenção de análises mais consistentes

Segundo Mehta e Monteiro (2006), o início de pega delimita o momento de início do endurecimento do cimento. Nos materiais cimentícios, este tempo determina o período útil para concluir o processo de aplicação, compreendendo desde a mistura dos materiais até seu adensamento e acabamento final. Após esse tempo, os materiais devem permanecer em repouso, em sua posição definitiva, para permitir o desenvolvimento do endurecimento. O tempo necessário para solidificar completamente é denominado tempo de fim de pega, que não deve ser muito longo para evitar atrasos no processo de construção.

Figura 11 - Aparelho de Vicat



Fonte: Autora (2025).

3.3.7. Absorção de água, índices de vazios e massa específica

Os ensaios de absorção de água, índice de vazios e massa específica, relacionados à porosidade das argamassas, foram realizados conforme as recomendações da ABNT NBR 9778 (2009) - Argamassas e Concretos Endurecidos - Determinação da absorção de água por imersão – índice de vazios e massa específica.

Após a moldagem e cura dos corpos de prova, as amostras foram colocadas em estufa à temperatura de 100 ± 5 °C por um período de 72 horas. Após esse período, as amostras foram pesadas e suas massas (m_s) foram determinadas. Em seguida, as amostras foram imersas em água por mais 72 horas, mantendo a temperatura entre (23 ± 2) °C. Após esse intervalo, os corpos de prova foram submetidos à ebulição por 5 horas, com o volume de água no recipiente mantido constante. As amostras foram deixadas em temperatura ambiente até atingirem o equilíbrio térmico a 23 ± 2 °C, e então suas massas foram registradas com o auxílio de uma balança hidrostática (m_i). Após a medição, as amostras foram retiradas, enxugadas com um pano úmido e suas massas saturadas (m_{sat}) foram registradas. A absorção dos corpos de prova foi calculada pela Equação 4, o índice de Vazios pela Equação 5, e a massa específica das amostras secas e saturadas foi determinada pelas equações 6 e 7.

$$A = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \times 100 \quad \text{Equação 4.}$$

$$I_v = \frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \times 100 \quad \text{Equação 5.}$$

$$\rho_s = \frac{m_s}{m_{sat} - m_i} \quad \text{Equação 6.}$$

$$\rho_{sat} = \frac{m_{sat}}{m_{sat} - m_i} \quad \text{Equação 7.}$$

3.3.8. Ensaio mecânico

As propriedades mecânicas das pastas foram avaliadas por meio de ensaios mecânicos de compressão e das argamassas por meio de ensaios mecânicos de compressão. Os ensaios para determinar a resistência à compressão axial seguiram as diretrizes da NBR 5739 (2018) - Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. As normas utilizadas foram adaptadas para a utilização com pastas e argamassas geopoliméricas, ajustando os procedimentos e parâmetros de ensaio para refletir as características desses materiais.

Todos os ensaios foram conduzidos no Laboratório de Práticas Tecnológicas da UFPA, campus Ananindeua, utilizando uma Prensa Hidráulica Elétrica da marca Contenco, com capacidade de 100 tf e duas calibrações. O equipamento possui dois módulos funcionais: Estrutura de Ensaio e Gabinete de Comando, como ilustrado na Figura 12.

Figura 12- Prensa Hidráulica Elétrica



Fonte: Autora (2025).

3.3.8.1. Resistência à compressão axial

O ensaio de resistência à compressão axial foi realizado nos corpos de prova cilíndricos das pastas e das argamassas, conforme ilustrado na Figura 16. Inicialmente, as dimensões dos corpos de prova (CP's) foram verificadas utilizando um paquímetro. Para a execução do ensaio, as faces dos pratos e dos corpos de prova foram previamente limpas e secas. Um tarugo de aço maciço foi utilizado para encurtar a distância entre os pratos da máquina, uma vez que as dimensões dos corpos de prova eram menores do que o previsto para a máquina. Essa adaptação não influenciou nos resultados finais, uma vez que o tarugo não sofreu deformações com as cargas aplicadas e possuía superfícies uniformes.

O corpo de prova foi centralizado no tarugo de aço, utilizando os círculos concêntricos de referência e observando o sentido de moldagem. O carregamento foi aplicado com uma velocidade de $0,45 \pm 0,15$ MPa/s e mantido constante ao longo do ensaio. O ensaio foi interrompido quando houve uma queda de força, indicando a ruptura do corpo de prova. As Figuras 13 e 14 mostram a realização do ensaio de compressão realizado nas amostras de pastas e argamassas.

Figura 13- Ensaio de compressão em corpo de prova de pasta de cimento geopolimérico.



Fonte: Autora (2025)

Figura 14- Ensaio de compressão em corpo de prova de argamassa geopolimérica.



Fonte: Autora (2025)

3.3.9. Análise morfológica

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para análise microestrutural das amostras de argamassas, permitindo a obtenção de imagens de alta resolução que revelaram a morfologia, a topografia e o tamanho das partículas das superfícies analisadas.

Além disso, o ensaio de Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS), acoplado ao MEV, possibilitou a análise elementar e a caracterização química dos materiais. Essa técnica forneceu dados qualitativos e semi-quantitativos dos elementos químicos presentes nas amostras, auxiliando na identificação de fases e na avaliação da composição química.

Os ensaios foram realizados em fragmentos obtidos dos corpos de prova fraturados durante o teste de resistência à compressão. Parte das amostras foi analisada diretamente na superfície fraturada, enquanto outra foi embutida em resina, permitindo a análise de seções polidas para uma avaliação mais detalhada.

A análise microestrutural das pastas e argamassas foi realizada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) no Laboratório de Análises Mineraias do Instituto Federal do Pará (IFPA). O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico da marca TESCAN, modelo Mira3, equipado com canhão de elétrons do tipo EFG (emissão de campo), proporcionando alta resolução e definição nas imagens obtidas. Para a análise elementar, foi acoplado um sistema de dispersão de energia de raios X (EDS) da marca OXFORD INSTRUMENTS, modelo X-MANN, permitindo a identificação e quantificação dos elementos presentes nas amostras.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Ensaios físicos das matérias-primas

4.1.1. Perda ao fogo e massa específica

A tabela 3 abaixo apresenta os resultados dos ensaios de Massa Específica e Perda ao fogo dos materiais dos materiais precursores.

Tabela 3 - Resultados dos ensaios de massa específica e perda ao fogo dos materiais precursores.

Material	Massa específica (g/cm³)	Perda ao fogo (%)
Caulim <i>soft</i>	2,59	13,80%
Metacaulim <i>soft</i>	2,55	-
Caulim <i>flint</i>	2,62	13,84%
Metacaulim <i>flint</i>	2,59	-
Escoria de Alto-forno	2,75	0,77%

Fonte: Autora (2025)

Os valores observados de massa específica tanto para o metacaulim *soft* quanto para metacaulim *flint*, na ordem de 2,55 e 2,59 g/cm³, indicam que o resíduo caulínico é constituído basicamente por caulinita, ratificando os resultados encontrados nas análises química e mineralógica. Xie (2019), encontrou resultados semelhantes de densidade (massa específica) para a EAF e o metacaulim, valores de 2,8 e 2,6 respectivamente. Sahin *et al.*, (2021) em seu trabalho utilizou metacaulim e escória de alto-forno como material precursor para produção de argamassa geopolimérica e a massa específica encontrada para o MK e a EAF foi de 2,52 e 2,91, respectivamente.

Segundo Dana (1981), a caulinita tem massa específica de 2,64 g/cm³ e composição química teórica de 39,50% de Al₂O₃, 46,54% de SiO₂ e 13,96% de H₂O, no entanto, podem ser observadas pequenas variações em sua composição. Com esses valores pode-se assumir que sua perda de massa (hidroxila estrutural) varia em torno de 13,96%. Os valores ligeiramente reduzidos de massa específica, na ordem de 2,59 a 2,62 g/cm³, indicam que ambos os caulins analisados são constituídos basicamente por caulinita, com baixos teores de outros minerais secundários como por exemplo quartzo, muscovita, anatásio e gibbsita, ratificando os resultados encontrados nas análises química e mineralógica.

A tabela 4 apresenta os resultados de massa específica dos materiais que serão utilizados como agregado miúdo.

Tabela 4 - Massa específica dos agregados miúdos

Material	Massa específica (g/cm³)
Areia convencional	2,67
Resíduo arenoso do caulim	2,63

Fonte: Autora (2025)

A massa específica dos agregados é um parâmetro importante na análise de materiais utilizados em argamassas geopoliméricas. No presente trabalho, a areia convencional utilizada apresentou uma massa específica de 2,63 g/cm³, enquanto o resíduo arenoso de caulim demonstrou uma massa específica de 2,67 g/cm³. Kuenzel *et al.* (2014) investigaram o uso de metacaulim como precursor e utilizaram uma areia com densidade específica de 2,66 g/cm³. Sahin *et al.* (2021), ao avaliar o uso de agregado residual e areia padrão (Rilem), encontraram valores de massa específica de 2,46 g/cm³ e 2,64 g/cm³, respectivamente. Noufal e Manju (2016), ao estudar a substituição de areia de rio (2,65 g/cm³) por um subproduto siderúrgico denominado Areia I, relataram uma massa específica muito próxima (2,653 g/cm³).

Observa-se que os valores encontrados estão em conformidade com os dados da literatura, mesmo para o resíduo, o qual, devido à sua natureza industrial, poderia apresentar maior variabilidade. Contudo, os resultados obtidos mostram que o resíduo possui características comparáveis às areias convencionais, indicando que, sob o aspecto da massa específica, a substituição do agregado miúdo pelo resíduo arenoso de caulim é tecnicamente viável

4.1.2. Análise granulométrica por difração a laser

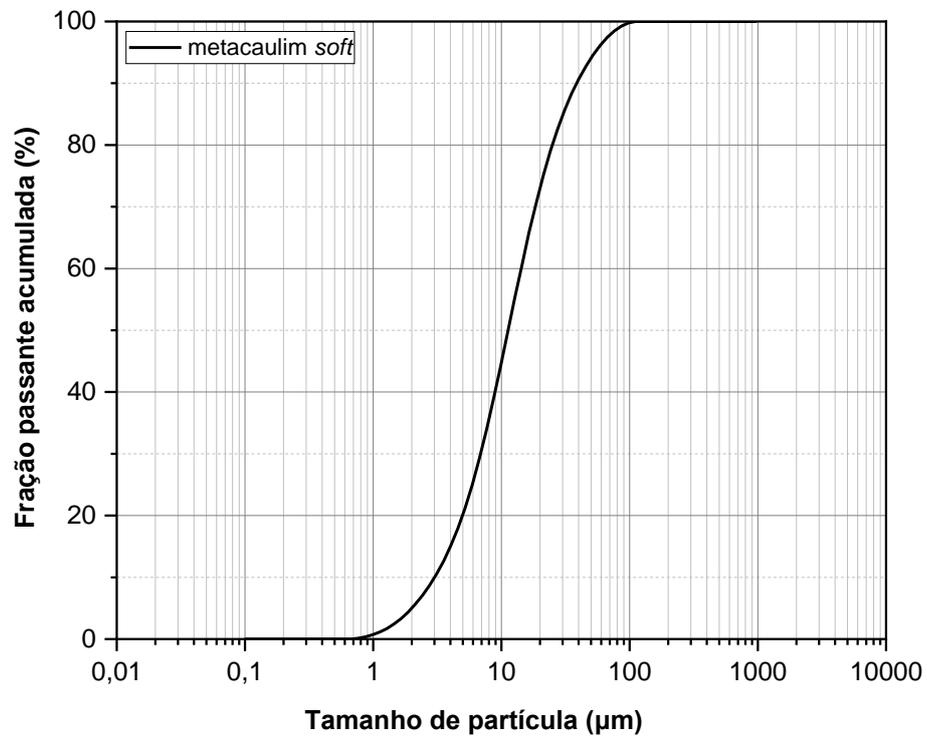
A distribuição e as curvas granulométricas do metacaulim *soft*, metacaulim *flint* e escória de alto-forno são mostradas na Tabela 5 e nas Figuras 15,16 e 17, respectivamente.

Tabela 5 - Análise Granulométrica dos materiais precursores

Matéria-prima	Diâmetro (µm)			
	d₁₀	d₅₀	d₉₀	d_{médto}
Metacaulim <i>soft</i>	3,42	12,8	44	19,2
Metacaulim <i>flint</i>	16,2	63,1	138	71
Escória de alto-forno	10,6	47,6	117	61,9

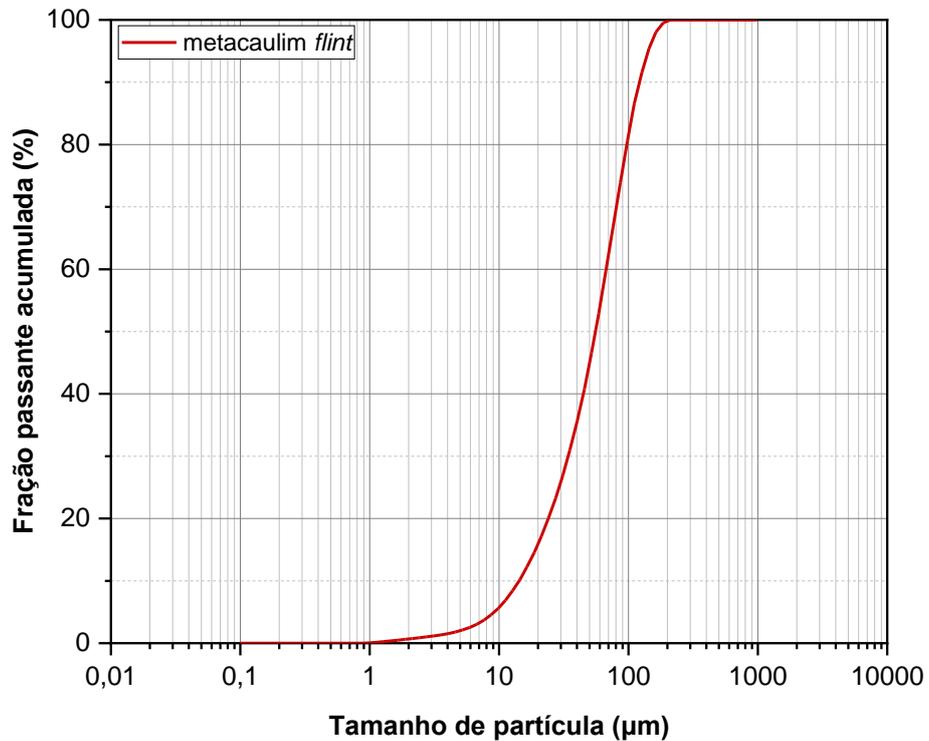
Fonte: Autora (2025)

Figura 15- Distribuição granulométrica do metacaulim soft



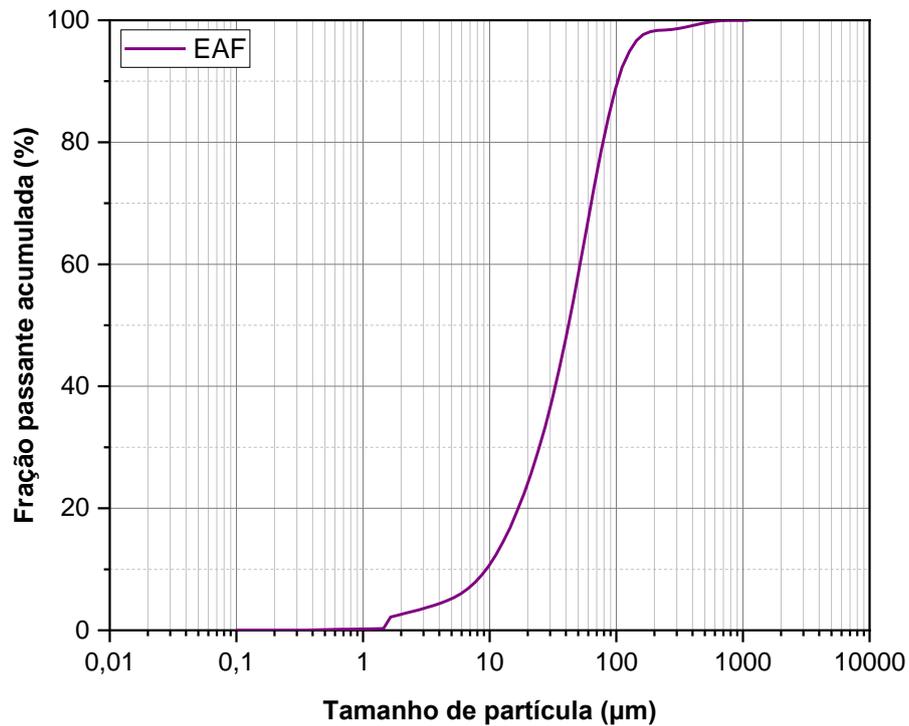
Fonte: Autora (2025)

Figura 16 - Distribuição granulométrica do metacaulim flint



Fonte: Autora (2025)

Figura 17 - Distribuição granulométrica da Escória de alto-forno



Fonte: Autora (2025)

A análise granulométrica dos materiais revelou características distintas entre os precursores selecionados, que justificam sua utilização na produção de geopolímeros. O metacaulim soft apresentou partículas predominantemente finas, com tamanho médio ($d_{\text{médio}}$) de 19,2 µm e d_{50} de 12,8 µm, apresentando uma distribuição granulométrica relativamente estreita, com partículas variando entre 3,42 µm (d_{10}) e 44 µm (d_{90}). Esses resultados estão de acordo com o observado por Wang *et al.* (2008), que indicam que uma maior área superficial, associada à finura das partículas, resulta em uma maior resistência à compressão nos geopolímeros, devido à maior reatividade do metacaulim. A granulometria do metacaulim soft, passante na peneira de 325 mesh, garante uma distribuição de partículas que favorece uma elevada reatividade alcalina, o que é desejável para a formação de geopolímeros com boa resistência e durabilidade.

Por outro lado, o metacaulim *flint* apresentou granulometria mais grossa, com tamanho médio ($d_{\text{médio}}$) de 71,0 µm e d_{50} de 63,1 µm. A distribuição granulométrica foi mais ampla, com partículas variando de 16,2 µm (d_{10}) a 138 µm (d_{90}), evidenciando a heterogeneidade do material. A literatura, como Sousa (2000), destaca que o caulim *flint*, caracterizado por alta dureza e resistência ao impacto, apresenta maior dificuldade de desagregação em água ou pelo peneiramento, necessitando de um processamento adicional para torná-lo utilizável como

precursor. Nesse estudo, o metacaulim *flint* foi submetido a um moinho de bolas, que permitiu a desagregação parcial das partículas, mas não foi possível alcançar peneiras mais finas, como 200 mesh ou 325 mesh. Apesar disso, o material ainda possui características adequadas para sua utilização, como descrito por Júnior (2020), que afirma que a moagem do metacaulim *flint* é imprescindível para viabilizar seu aproveitamento como material pozolânico. A presença de partículas de maior dimensão pode ser benéfica, pois proporciona uma estrutura mais estável à matriz geopolimérica, equilibrando as propriedades mecânicas e de durabilidade, como sugerido por Júnior (2020).

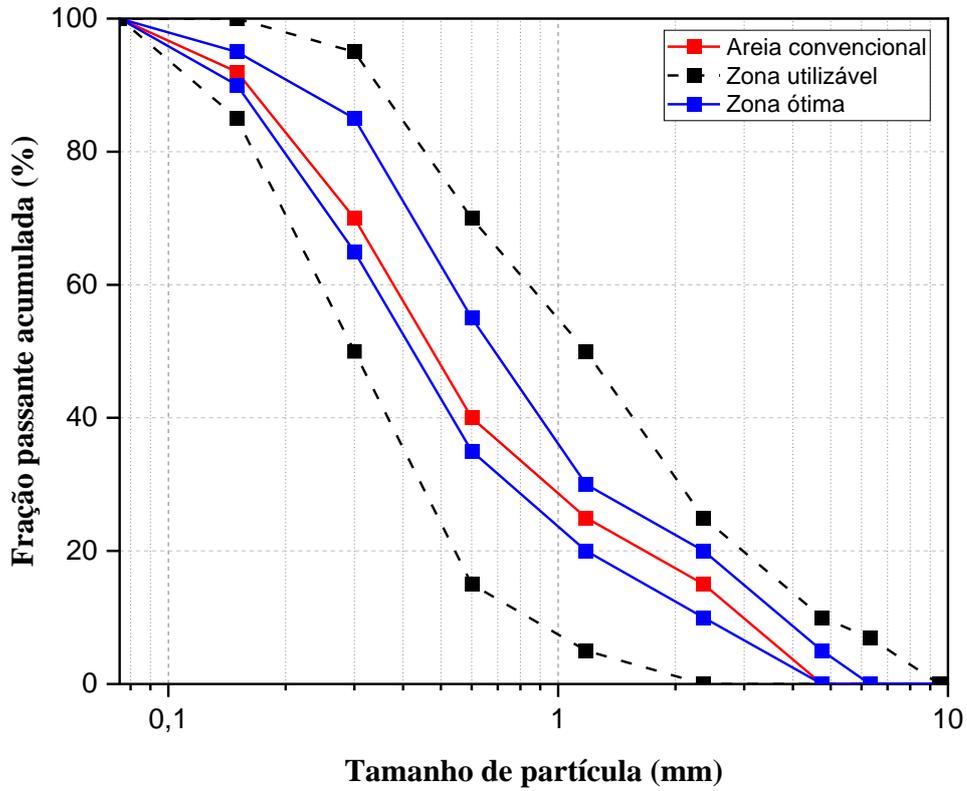
A escória de alto-forno, por sua vez, apresentou uma granulometria intermediária, com tamanho médio ($d_{médio}$) de 61,9 μm e d_{50} de 47,6 μm , variando de 10,6 μm (d_{10}) a 117 μm (d_{90}). A distribuição granulométrica da escória foi mais ampla, porém menos heterogênea do que a do metacaulim *flint*, o que a torna um material complementar eficiente, promovendo maior densidade e preenchimento na matriz geopolimérica. De acordo com Sahin *et al.* (2021), a finura da estrutura do grão da escória ajuda a acelerar o processo de geopolimerização, contribuindo para uma maior reatividade do material e melhorias nas propriedades mecânicas do geopolímero.

Esses resultados granulométricos justificam o uso dos três materiais na produção de geopolímeros. O metacaulim *soft*, com sua granulometria fina e uniforme, oferece alta área superficial, essencial para a reatividade química e formação de uma matriz densa. O metacaulim *flint*, apesar de suas partículas mais grosseiras, possui características granulométricas que, aliadas ao processamento realizado, permitem sua utilização como precursor, com partículas que combinam frações reativas e porções maiores para a estruturação física da matriz. Além disso, a escória de alto-forno, com sua granulometria intermediária, atua como complemento, promovendo maior densidade e preenchimento na matriz final. A combinação dessas características granulométricas assegura a eficiência e viabilidade do sistema geopolimérico proposto.

4.1.3. Análise granulométrica dos agregados miúdos

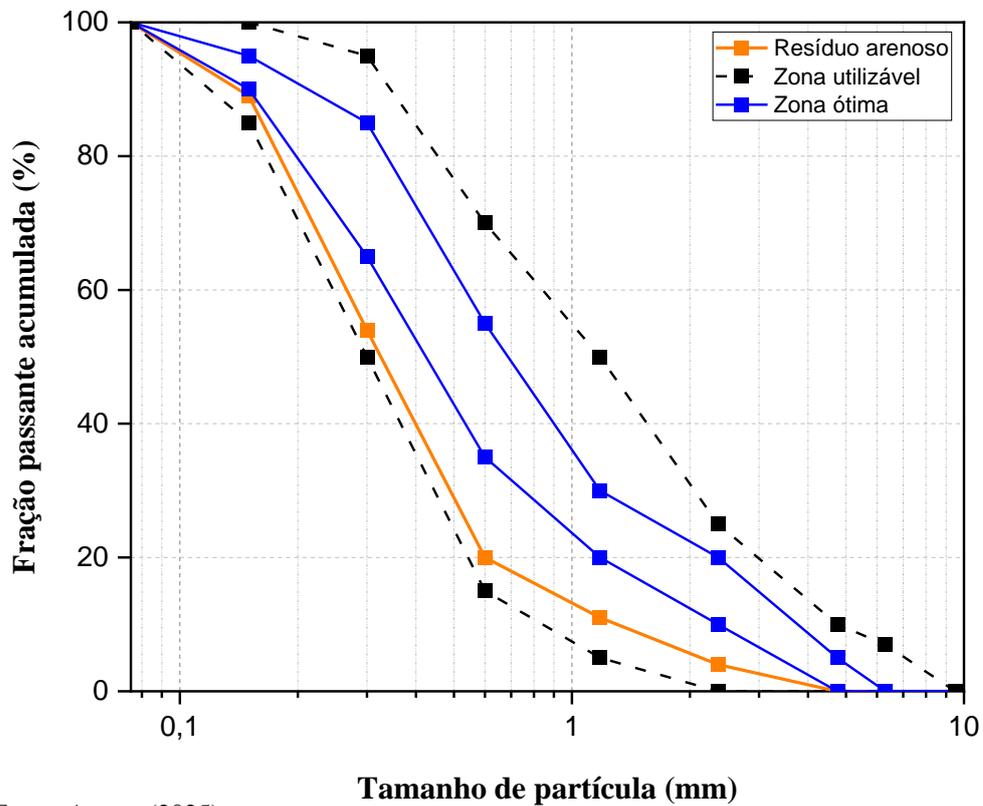
Os resultados obtidos nos ensaios granulométricos dos agregados utilizados na produção das argamassas geopoliméricas estão apresentados nas Figuras 18 e 19, que contém, respectivamente, as curvas granulométricas da areia convencional e do resíduo arenoso de caulim, analisadas com base nos limites estabelecidos pela norma ABNT NBR 17054 (2022).

Figura 18 - Curva granulométrica da areia convencional



Fonte: Autora (2025)

Figura 19 - Curva granulométrica do resíduo arenoso



Fonte: Autora (2025)

Observa-se que a curva granulométrica da areia convencional está contida nos limites ótimos e, conseqüentemente, dentro dos limites utilizáveis definidos pela norma. Isso indica que a areia convencional possui uma distribuição granulométrica adequada para a produção de argamassas, garantindo boa trabalhabilidade e podendo apresentar desempenho mecânico adequado.

Por outro lado, o resíduo arenoso de caulim apresenta uma curva granulométrica que, embora não se enquadre nos limites ótimos, encontra-se dentro dos limites utilizáveis estabelecidos pela norma. Essa característica indica que o resíduo também pode ser utilizado na formulação das argamassas, apesar de sua distribuição granulométrica mais fina em comparação à areia convencional.

A granulometria mais fina do resíduo arenoso de caulim pode impactar a mistura, promovendo maior área superficial específica, o que, por sua vez, pode demandar ajustes na formulação para assegurar uma adequada consistência e trabalhabilidade da argamassa. Contudo, a presença do resíduo como substituto parcial ou total da areia convencional reforça o potencial de reaproveitamento de materiais residuais, alinhando-se aos princípios de sustentabilidade.

4.2. Caracterização química e mineralógica das matérias-primas

4.2.1. Materiais precursores

4.2.1.1. Fluorescência de Raios-x

A Tabela 6 apresenta os resultados da análise química, realizada por fluorescência de raios X (FRX), dos precursores utilizados neste estudo: metacaulim *soft*, metacaulim *flint* e escória de alto-forno.

Tabela 6 - Composição química dos materiais precursores

Óxidos	Metacaulim <i>soft</i>	Metacaulim <i>flint</i>	Escória de alto-forno
SiO ₂ (%)	55,0	51	41,92
Al ₂ O ₃ (%)	41,0	42	20,18
CaO (%)	-	-	25,26
MgO (%)	0,58	0,913	5,79
K ₂ O (%)	2,34	0,1	1,76
TiO ₂ (%)	0,02	3,2	0,65
Fe ₂ O ₃ (%)	0,37	1,53	2,76
ZrO ₂ (%)	-	0,405	0,04
P ₂ O ₅ (%)	-	-	0,51
MnO (%)	-	-	0,88
SO ₃ (%)	-	0,16	-

Fonte: Autora (2025)

Tabela 7 - Requisitos químicos do metacaulim

Componente	Limite (%)
SiO ₂	≥ 44,0 e ≤ 65,0
Al ₂ O ₃	≥ 32,0 e ≤ 46,0
CaO + MgO	≤ 1,5
SO ₃	≤ 1,0
Na ₂ O	≤ 0,5

Fonte: Autora (2025)

A análise química dos materiais precursores utilizados neste estudo revela a adequação do metacaulim *soft* e do metacaulim *flint* como principais fontes de aluminossilicatos reativos para a produção de geopolímeros. Ambos atendem aos requisitos estabelecidos pela ABNT NBR 15894-1 (2010) - Metacaulim para uso com Cimento Portland em concreto, argamassa e pasta - Parte 1 Requisitos (Tabela 7) para aplicação em materiais cimentícios, apresentando teores elevados de óxidos de silício (SiO₂) e alumínio (Al₂O₃), que são essenciais para a geopolimerização. A soma dos óxidos principais (SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃) foi de 96,53% para o metacaulim *soft* e 94,53% para o metacaulim *flint*, valores que ultrapassam o limite inferior de 70% exigido pelas normas NBR 12653 e ASTM C618 para classificação como material pozolânico. Esses resultados corroboram estudos como o de Sahin *et al.* (2021), que utilizou

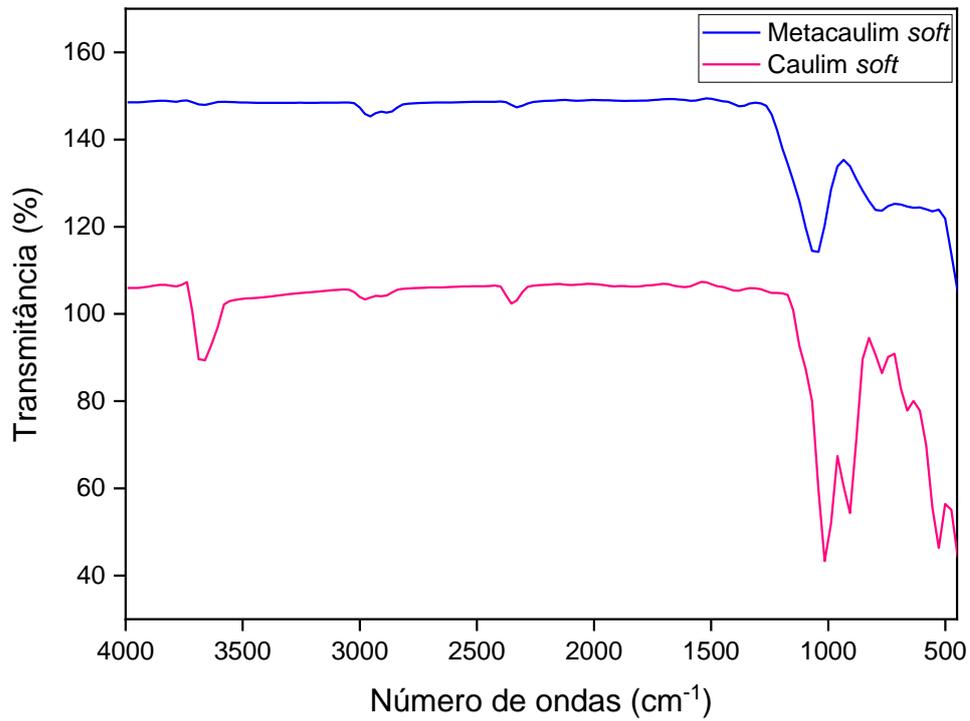
metacaulim com composição superior a 97% desses óxidos, e o de Souza (2003), que considera materiais com mais de 90% desses compostos como de elevada pozolanicidade.

Além disso, a razão molar Si/Al obtida para o metacaulim *soft* (1,34) e para o metacaulim *flint* (1,21) confirma a adequação desses materiais como precursores para síntese de geopolímeros. Estudos de Davidovits (1994), Duxson *et al.* (2005) e Jimenez *et al.* (2006) apontam que a faixa ideal de razão Si/Al para a formação de geopolímeros está entre 1 e 3, com os melhores resultados sendo observados entre 1,2 e 2,5. Dessa forma, os metacaulins analisados possuem características químicas compatíveis com os requisitos fundamentais para a geopolimerização.

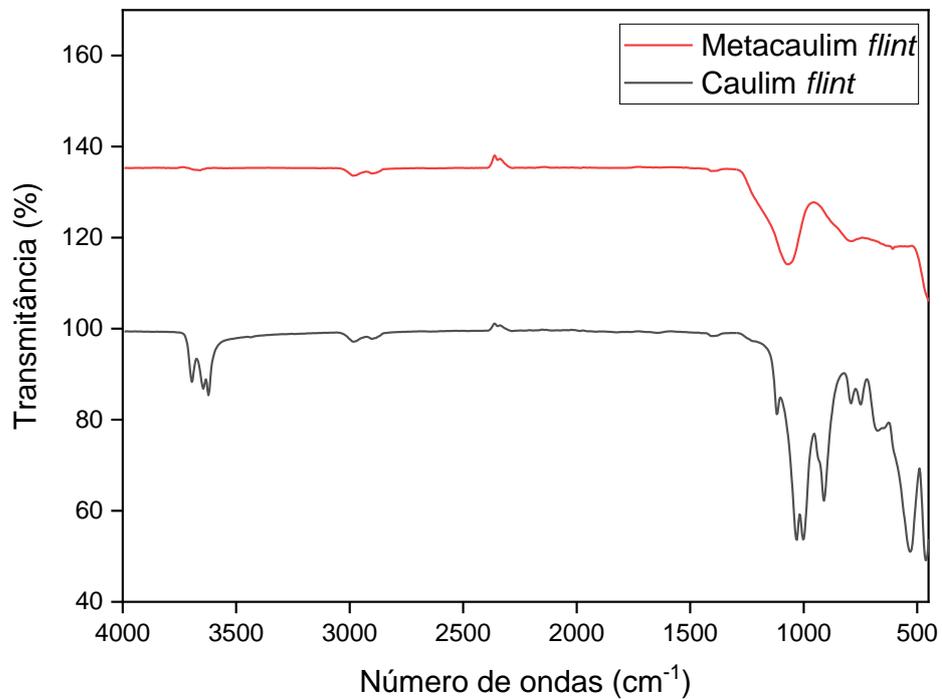
A escória de alto-forno, por sua vez, atua como uma matéria-prima complementar nesse processo, devido à sua composição química significativa, com teores de 41,92% de SiO₂, 20,18% de Al₂O₃ e 25,26% de CaO. A presença de CaO na escória contribui para o desempenho do sistema reativo ao favorecer a formação de silicatos de cálcio hidratados (C-S-H), complementando o processo de geopolimerização promovido pelo metacaulim. A razão molar Si/Al da escória, de 2,08, está dentro da faixa favorável para geopolimerização, como apontado por Davidovits (1994) e Duxson *et al.* (2005).

4.2.1.2. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

São apresentados a seguir os resultados dos ensaios de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), que mostram os grupos funcionais presentes nas matérias-primas. As Figuras 20, 21 e 22 exibem os gráficos correspondentes aos espectros FTIR das amostras analisadas, apresentando as matérias-primas caulim *soft* e metacaulim *soft*, caulim *flint* e metacaulim *flint*, e escória de alto-forno, respectivamente, permitindo a interpretação das características químicas dos materiais.

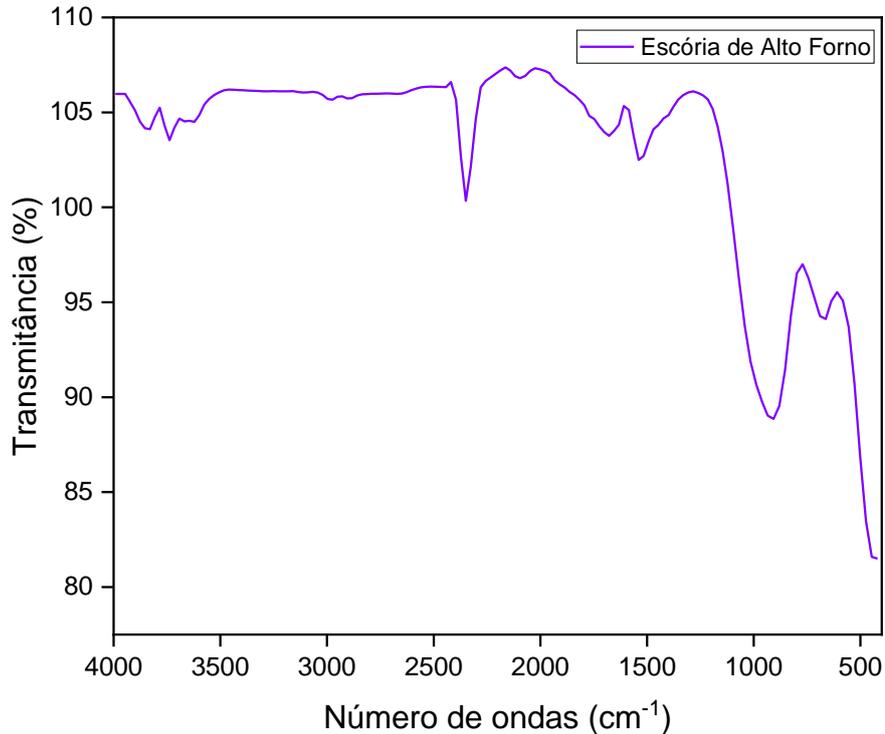
Figura 20 - Espectro de FTIR do Caulim *soft* e do Metacaulim *soft*.

Fonte: Autora (2025)

Figura 21 - Espectro de FTIR do Caulim *flint* e do Metacaulim *flint*.

Fonte: Autora (2025)

Figura 22 - Espectro de FTIR da escória de alto-forno



Fonte: Autora (2025)

Observa-se pelo gráfico do FTIR do Caulim *soft* e do Caulim *flint* a presença de bandas de vibração características da ligação O-H além das bandas de deformação Al-OH. A caulinita possui bandas de absorção entre 3400 e 3660 cm^{-1} correspondentes às frequências de estiramento dos grupos OH (Dlugokencki, 2022).

Já as curvas de FTIR das amostras de metacaulim *soft* e metacaulim *flint*, apresentam alterações típicas que correspondem a espectros de Caulim calcinado, corroborando a hipótese de bom desarranjo das estruturas moleculares quando expostos a temperaturas da ordem de 850 °C. Segundo Chackchouk (2009), as seguintes alterações podem ser observadas: ausência de bandas detectáveis -OH e Al-OH; a transformação das bandas características Si-O da caulinita presentes na argila bruta em 1115, 1032 e 1009 cm^{-1} em uma única banda de absorção em 1082 cm^{-1} que é característica da sílica amorfa; a transformação das bandas Al-O-Si em 789 e 754 cm^{-1} para uma única banda de absorção em 810 cm^{-1} , característica da fase amorfa; o desaparecimento da banda em 534 cm^{-1} em relação ao Al-O-Si; e o deslocamento da banda Si-O em 470 cm^{-1} para números de onda elevados.

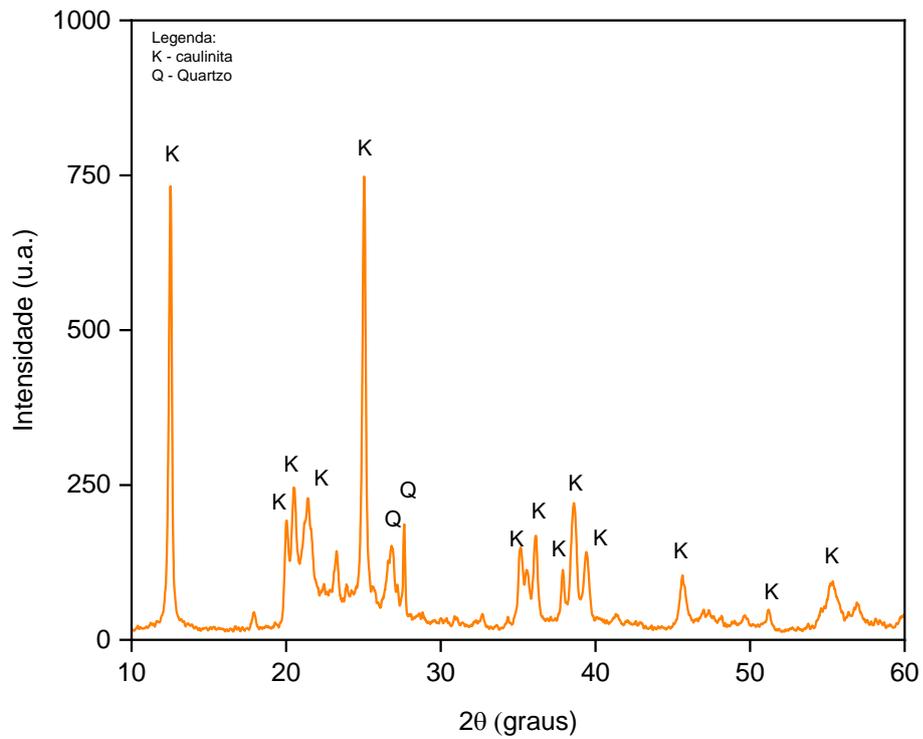
A curva de FTIR da amostra de escória de alto-forno apresenta duas bandas bastante acentuadas com máximos em 1437 e 876 cm^{-1} , referente as vibrações da calcita ($CaCO_3$),

comprovando que parte do cálcio presente na escória encontra-se carbonatado. Comparando o resultado obtido nesta análise e o apresentado por Almeida (2023), fica evidenciado a mesma origem e característica da escória de alto-forno.

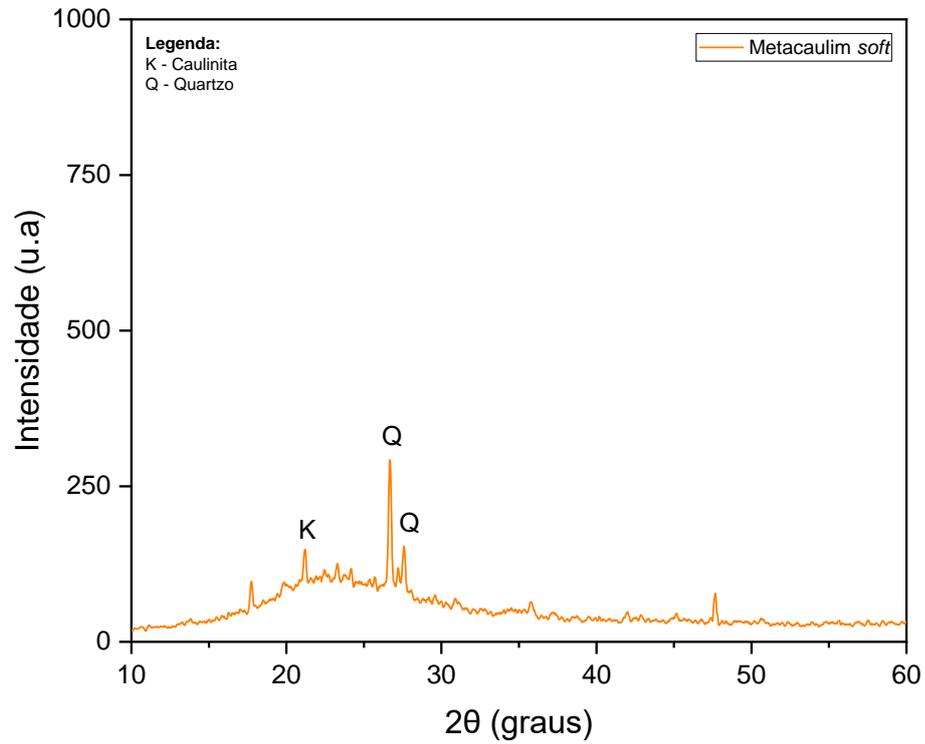
4.2.1.3. Difratoograma de Raios -X (DRX)

Os ensaios de DRX foram realizados em amostras de caulim *soft*, metacaulim *soft*, caulim *flint*, metacaulim *flint* e escória de alto-forno e os resultados estão apresentados nas Figura, 23, 24, 25, 26 e 27 respectivamente.

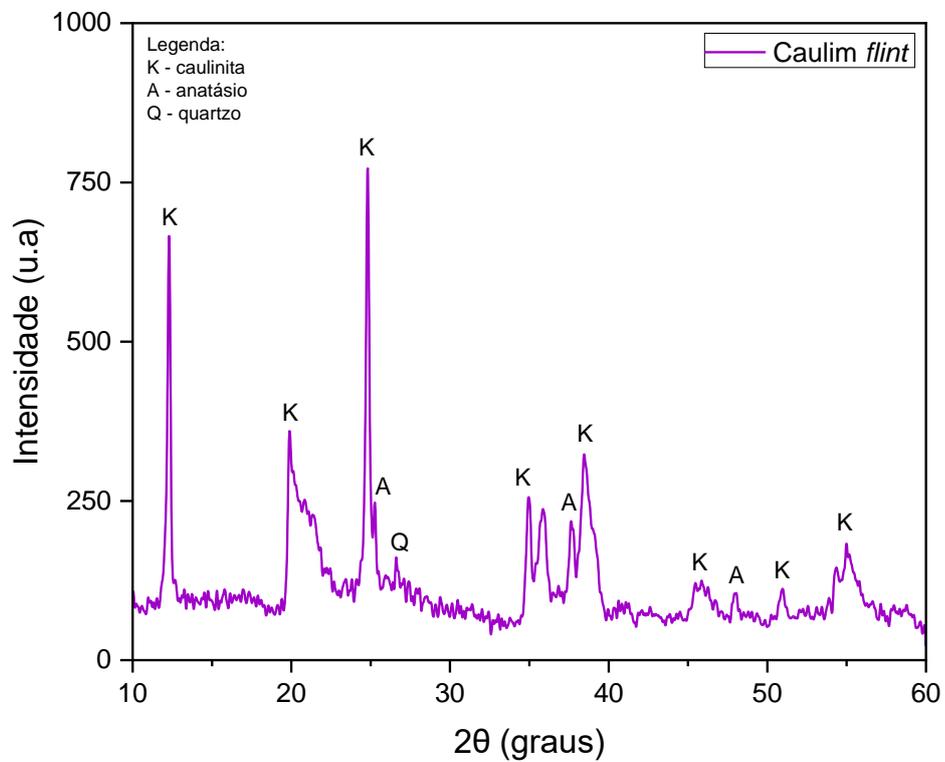
Figura 23 - Difratoograma do caulim *soft*



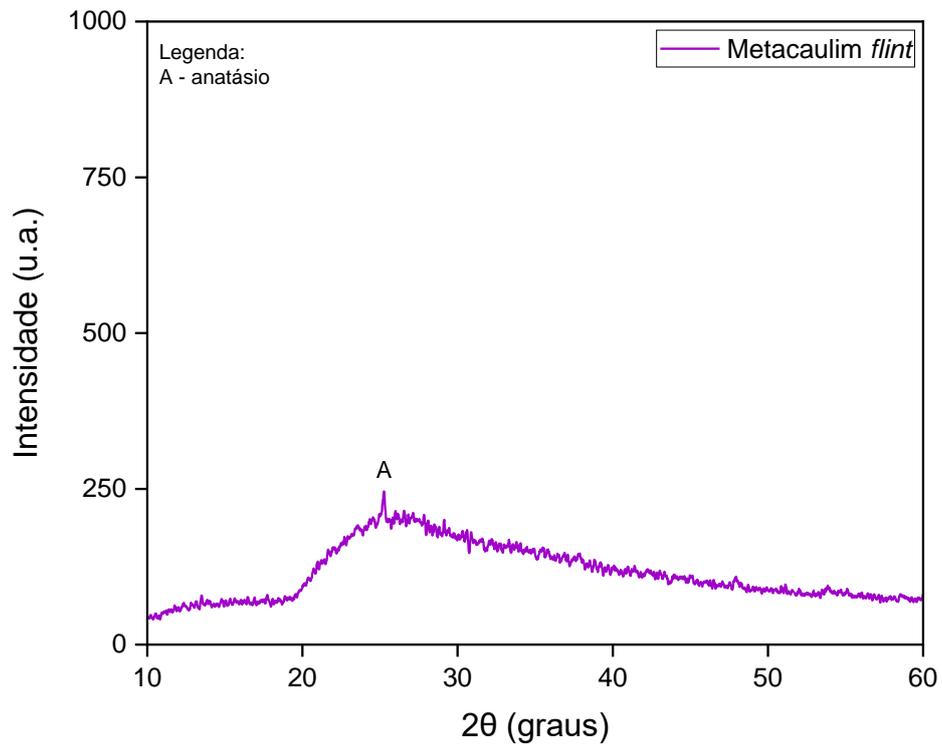
Fonte: Autora (2025)

Figura 24 - Difratoograma do metacaulim *soft*.

Fonte: Autora (2025)

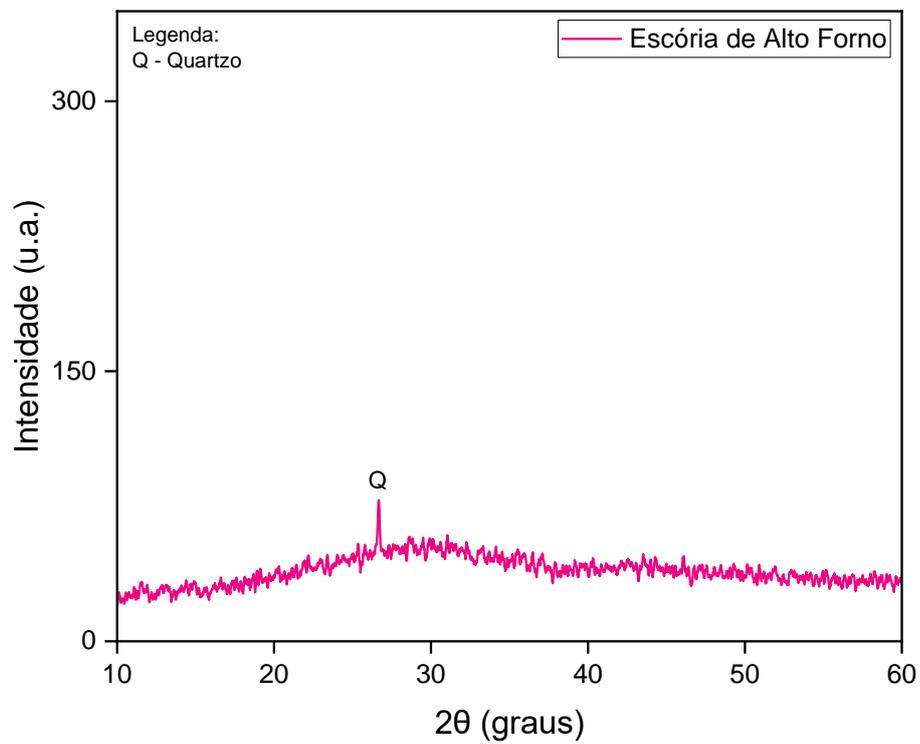
Figura 25 - Difratoograma do caulim *flint*.

Fonte: Autora (2025)

Figura 26 - Difratoograma do metacaulim *flint*.

Fonte: Autora (2025)

Figura 27 - Difratoograma da Escória de Alto-forno.



Fonte: Autora (2025)

A partir das análises e dos picos característicos do DRX, observa-se a presença dos minérios de Caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) e Quartzo (SiO_2) nas amostras de Caulim soft (CS) e flint (CF). No DRX da Escória de alto-forno (EAF), é apenas identificada a presença do Quartzo. Outro ponto de destaque, é a presença do Anatásio (TiO_2) no CF. Conforme Souza (2000) e Carneiro *et. al* (2003), este mineral é comumente encontrado como acessório nos caulins da região do Rio Capim.

Segundo Junior (2020), no CF, o elevado grau de desordem em comparação ao CS é evidenciado pelo pico principal da caulinita (001), que se mostra alargado na base. Além disso, o primeiro triplete, situado entre $19,9^\circ$ e $23,8^\circ$, é constituído por apenas um único pico e os outros dois tripletes, localizados entre 35° e 40° , são formados somente por duas reflexões (duplete) mal definidas.

O fato do CF ser constituídos basicamente por caulinitas demonstra a excelente qualidade como matéria-prima para a produção de geopolímero. Outro ponto relevante para a reatividade das pozolanas é a desordem na estrutura cristalina da caulinita. Segundo Barata *et al.*, (2012), caulinitas com maior quantidade de defeitos são as mais apropriadas para a produção da metacaulinita porque proporcionam maiores taxas de desidroxilação e, conseqüentemente, maior reatividade.

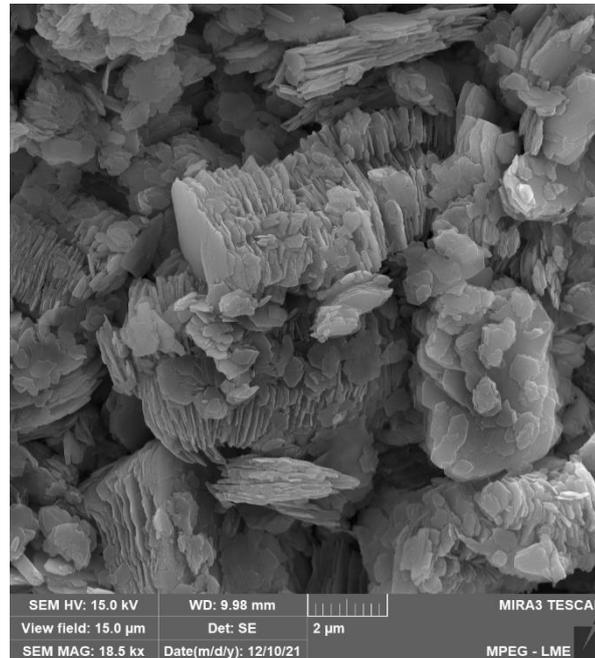
Observa-se também um caráter de cristalinidade bem acentuado nas amostras de caulim, visto a presença de picos bem intensos e determinados. Já nas amostras de metacaulim *flint e soft*, observa-se picos não tão bem definidos e halos que caracterizam amostras amorfas, de estruturas cristalinas que começam a ser desfeitas – resultado característico de uma boa calcinação. Comparando a intensidade de ambos os metacaulins, percebe-se valores menores no metacaulim *flint*, o que pressupõe um grau de amorfismo mais acentuado, sendo isto algo relevante para a reatividade no processo de geopolimerização.

O difratograma indica que a escória de alto-forno é predominantemente amorfa e com apenas um pico semicristalino perceptível de quartzo (Q) detectado a $\approx 26^\circ$ no eixo 2θ . Essa amorfização decorre do resfriamento rápido após a retirada do resíduo dos altos fornos, não havendo tempo suficiente para formação de cristais (Silva, 2006).

4.2.1.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A Figura 28 apresenta imagens microscópicas ampliadas do caulim soft.

Figura 28 - Imagem de MEV do caulim *soft* com aumento de 18.500x.



Fonte: Autora (2025)

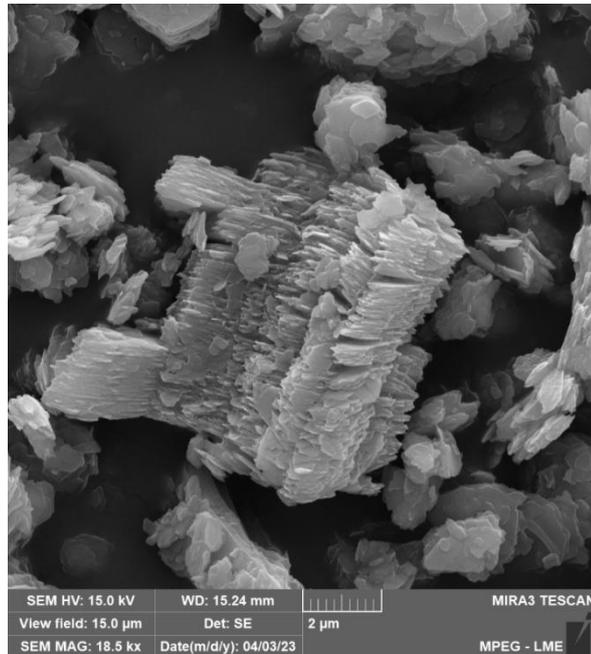
Observa-se a morfologia típica da caulinita com placas pseudo-hexagonais de espessura e diâmetros variáveis, empilhadas ou desagregadas. Santos (2013), apresenta imagens de caulinita com aspectos semelhantes, onde essas partículas apresentaram-se sem formas definidas de perfis irregulares com espessuras variáveis e placas mais finas com diâmetros abaixo de 1 μm .

Na figura, observa-se em porções localizadas, especialmente no horizonte de caulim soft, cristais de caulinita bem desenvolvidos e empilhados, com aspecto uniforme. Segundo Sousa (2000), a esse empilhamento, é dado o nome de booklets, e são característicos de caulins pouco intemperizados. Santana (2017) comenta que esse tipo de morfologia é responsável por dar ao caulim o aspecto de maciez, muito aplicado na cobertura de papel e como carga em tintas e massas. Outra característica a ser observada na figura diz respeito ao tamanho das partículas. Observa-se a presença de partículas com granulometria pequena, (inferior a 2 micrômetros), dando a esse caulim a característica de extra fino a argiloso. Porém, a presença de empacotamentos de placas também ocasiona a presença de partículas com granulometria

maiores, da ordem de 10 a 20 micrômetros. A imagem mostra também um alto grau de pureza nesse caulim, onde não é observado a presença de contaminantes ou outros minerais.

Na Figura 29, têm-se imagens microscópicas do metacaulim originado do caulim soft.

Figura 29 - Imagem de MEV do metacaulim *soft* com aumento de 18.500x.

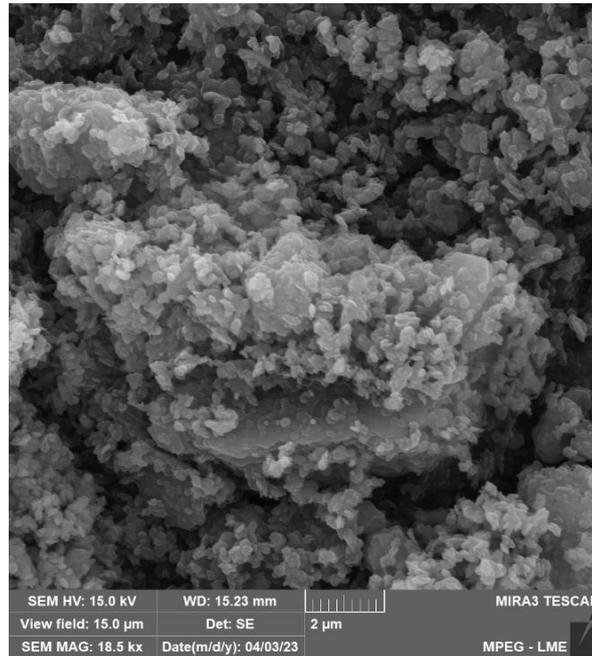


Fonte: Autora (2025)

Percebe-se que as estruturas de booklets são mantidas, e ainda há um alto grau de organização cristalina nas partículas. Em comparação com a amostra de caulim que não passou pelo processo de calcinação, a micrografia obtida da amostra de metacaulim apresentou alterações nas micro placas empilhadas, com a diminuição das folhas empacotadas, confirmando o processo de desestruturação (Silva, 2013; Morsy *et al.*, 2018). Para o processo químico de formação do cimento geopolimérico, é desejado uma maior desorganização interna do metacaulim, para que ocorra assim uma maior reatividade. As partículas pseudo-hexagonais da argila calcinada podem contribuir para o aumento da área superficial específica da mistura geopolimérica, o que pode ocasionar em uma redução substancial da trabalhabilidade do cimento geopolimérico.

A Figura 30 apresenta imagens microscópicas do caulim *flint*.

Figura 30 - Imagem de MEV do caulim *flint* com aumento de 18.500x.

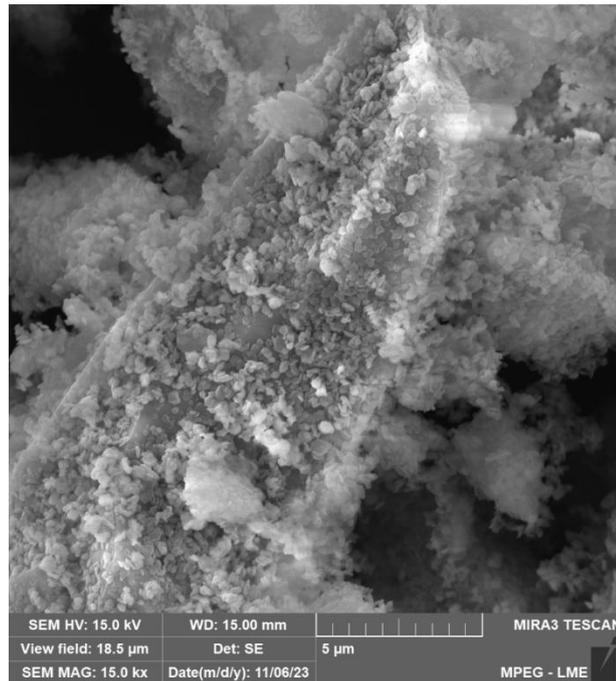


Fonte: Autora (2025)

Na imagem, é possível observar a presença em menor escala de booklets, em comparação ao caulim soft. Observa-se ainda o formato das placas pseudo-hexagonais, característico das caulinitas em muitas partículas, mas há também alguns grãos com formato não hexagonal, característico de um material que sofreu mais intemperismo e transformação estrutural. Quanto ao tamanho das partículas, observa-se uma quantidade muito grande de partículas ultrafinas, com tamanho inferior a 2 micrômetros. Observa-se também um alto grau de pureza dessa caulinita, sem a presença de minerais contaminantes. Souza (2000) define o caulim *flint* como uma caulinita de baixa cristalinidade, com granulometria muito fina ou criptocristalina.

A Figura 31, apresenta uma imagem microscópica do metacaulim *flint*

Figura 31 - Imagem de MEV do metacaulim *flint* com aumento de 15.000x



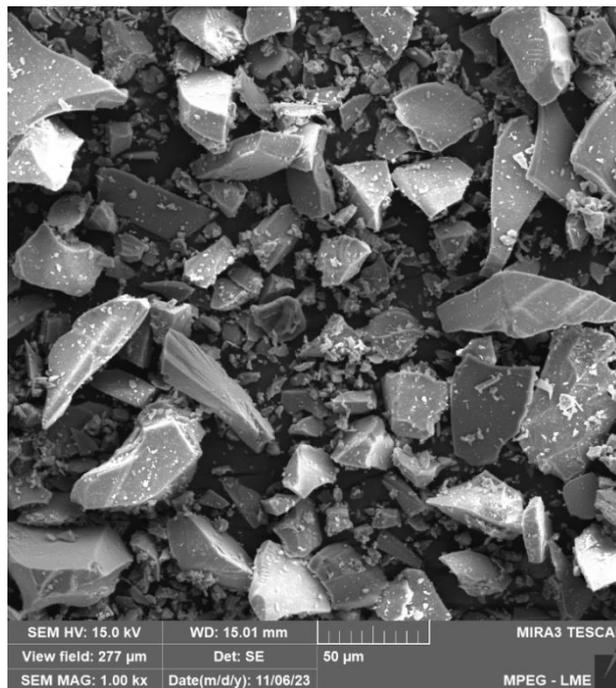
Fonte: Autora (2025)

Observa-se na imagem um alto grau de amorfismo nas partículas, com grãos de formatos variados e sem um padrão característico. Esta observação diz muito em relação ao caráter amorfo da amostra. Nota-se também que as partículas possuem uma granulometria extremamente fina, da ordem dos nanômetros. Não há a presença de empacotamentos ou estruturas cristalinas, podendo-se concluir a presença de um alto grau de desorganização estrutural das partículas.

Todas essas características citadas acima tornam o metacaulim produzido a partir do caulim *flint* um precursor com potencial para utilização na produção de pastas geopoliméricas, pois possui as características desejadas de desarranjo estrutural que o torna bastante reativo à geopolimerização.

A Micrografia da escória de alto-forno, é apresentada na Figura 32.

Figura 32 - Imagem de MEV da escória de alto-forno com aumento de 1000x



Fonte: Autora (2025)

A micrografia da escória de alto-forno (Figura 32) apresentou morfologia característica deste material de acordo com a literatura. Mesmo tendo passado por peneiramento, observa-se que as partículas não apresentam padrão morfológico bem definido, mas sim, diferentes texturas, tamanhos, formatos e grande aglomeração de grãos. Al-Husseinawi et al., (2022) encontra resultados semelhantes em seu trabalho.

Observa-se também grãos com arestas pontiagudas e outros com formato arredondado. Cechin (2021) atribui essa característica ao processo de fragmentação e moagem da escória de alto-forno.

4.2.2. Resíduo arenoso do caulim

A realização de análises químicas e mineralógicas detalhadas no resíduo arenoso de caulim (RAC), justifica-se pela necessidade de compreender as características específicas do RAC, considerando sua origem como resíduo industrial e sua composição peculiar resultante do beneficiamento do caulim. O RAC demandou uma caracterização mais aprofundada para avaliar seu potencial como substituto parcial ou total da areia, considerando impactos na densidade, porosidade e propriedades mecânicas das argamassas.

Essa abordagem possibilitou um entendimento completo do material, fundamental para verificar sua viabilidade técnica e sustentável como agregado alternativo em argamassas geopoliméricas. A seguir, apresentam-se os resultados dos ensaios de caracterização realizados no RAC.

A composição química do agregado RAC é mostrada na Tabela 8.

Tabela 8 - Composição química do RAC

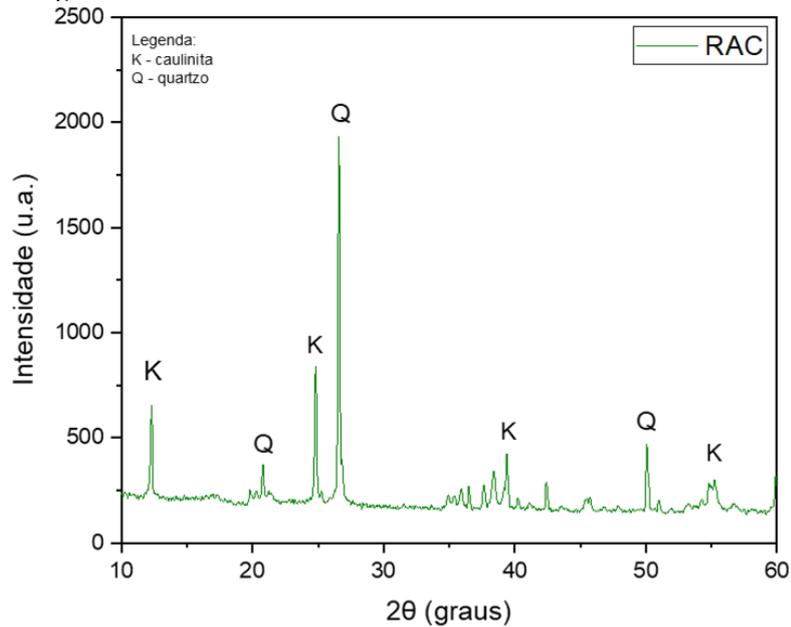
Óxidos	Resíduo arenoso do caulim
SiO₂ (%)	56,4
Al₂O₃ (%)	31,5
MgO (%)	0,779
K₂O (%)	0,211
TiO₂ (%)	5,64
Fe₂O₃ (%)	1,80
ZrO₂ (%)	3,06
MnO (%)	0,102
SO₃ (%)	0,110

Fonte: Autor (2024)

A composição química do RAC, apresentada na Tabela 8, evidenciou a predominância de SiO₂ e Al₂O₃, seguidos por óxidos acessórios, como TiO₂ e Fe₂O₃, em menores quantidades. Essa composição está alinhada com a origem do material, um rejeito do beneficiamento primário do caulim soft. Nesse processo, realizado por blungers e hidrociclones separam partículas grosseiras de quartzo e outros minerais, resultando em um material com alto teor de sílica, granulometria bem definida e características semelhantes às de uma areia. Todavia, apesar dessa etapa de separação, a presença de caulinita no RAC é inevitável devido à origem do material. A caulinita, em seu estado cristalino, contribui para a composição química e mineralógica do resíduo, embora atue como um componente inerte em processos de geopolimerização.

A composição mineralógica, é apresentada no difratograma do RAC (Figura 33) e confirma a presença de quartzo (pico característico a 26,65°) e de picos referentes a caulinita, corroborando os resultados químicos e reafirmando a natureza do material como resíduo rico em minerais inertes.

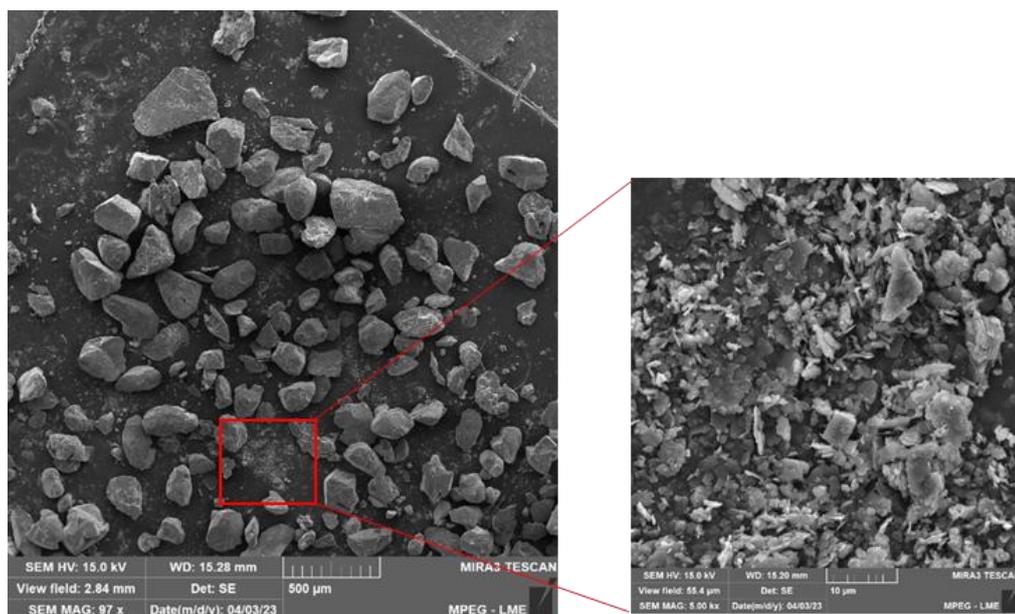
Figura 33 - Difratoograma do resíduo arenoso



Fonte: Autor (2025)

A análise microscópica por MEV, apresentada na Figura 34, confirma a presença de grãos de quartzo e partículas de caulinita no resíduo arenoso de caulim (RAC). Na imagem com ampliação de 100x, observa-se a morfologia bem definida dos grãos de quartzo, enquanto a ampliação destaca partículas de caulinita distribuídas na matriz. Esses resultados corroboram os dados químicos e mineralógicos previamente apresentados.

Figura 34 - Imagens de MEV do resíduo arenoso do caulim com ampliações de 100x e 5000x



Fonte: Autor (2025)

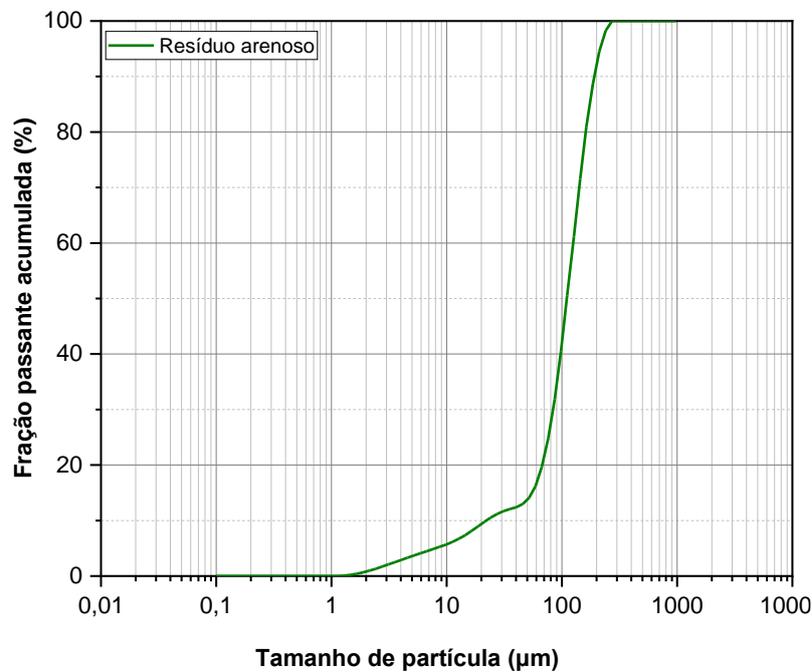
A Tabela 9 e a Figura 35 apresentam, respectivamente, a distribuição e a curva granulométrica do resíduo arenoso de caulim.

Tabela 9 - Análise Granulométrica do resíduo arenoso

Matéria-prima	Diâmetro (μm)			
	d_{10}	d_{50}	d_{90}	$d_{médio}$
Resíduo arenoso do caulim	25,1	126	217	128

Fonte: Autor (2025)

Figura 35 - Distribuição granulométrica do resíduo arenoso



Fonte: Autor (2025)

A análise granulométrica do resíduo arenoso de caulim indica uma ampla distribuição de partículas, com tamanho médio ($d_{médio}$) de 128 μm . O d_{50} , que corresponde ao diâmetro mediano das partículas, está em 126 μm , enquanto o d_{10} e d_{90} mostram que as partículas variam entre 25,1 μm e 217 μm , respectivamente. Esses dados refletem uma granulometria característica de um material que pode desempenhar papel como agregado miúdo na matriz geopolimérica.

Observando a curva granulométrica apresentada, nota-se que a fração passante acumulada cresce de forma gradativa, evidenciando uma distribuição contínua de tamanhos de partículas. Essa heterogeneidade sugere que o resíduo arenoso de caulim possui tanto partículas

mais finas, que podem contribuir para um melhor empacotamento granuloso e compactação da matriz, quanto partículas mais grossas, que podem atuar na estruturação física da argamassa. Assim, a granulometria intermediária do RAC favorece o preenchimento de vazios e garante coesão à mistura, propriedades fundamentais no contexto de materiais cimentícios.

Portanto, os ensaios de caracterização química, mineralógica e física do RAC revelam informações importantes sobre sua composição e propriedades, consolidando sua classificação como um resíduo arenoso predominantemente constituído por quartzo e caulinita, com potencial para aplicações em argamassas geopoliméricas.

4.3. Caracterização das pastas e argamassas geopoliméricas

4.3.1. Ensaio no estado fresco

4.3.1.1. Vicat

Os resultados obtidos para o ensaio de tempo de pega com a utilização do aparelho de Vicat são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Ensaio de tempo de pega pelo método de Vicat

Matéria-prima	Ensaio	Ti (minutos)	Tf (minutos)
Metacaulim <i>soft</i>	1	125	180
	2	120	175
	3	135	185
Metacaulim <i>flint</i>	1	135	185
	2	140	190
	3	140	195

Fonte: Autora (2025)

Ao avaliar o efeito da substituição do metacaulim soft pelo metacaulim flint no tempo de pega, foi observado que essa modificação não exerceu influência significativa. Essa constatação pode ser atribuída ao fato de que o metacaulim flint, mesmo sendo um resíduo, é predominantemente composto por caulinita, e os minerais acessórios, que atuam como “contaminantes”, não apresentam impacto expressivo no tempo de pega das pastas geopoliméricas. Esse comportamento destaca a estabilidade do material frente à geopolimerização.

A literatura sugere que outros fatores possuem maior influência sobre o tempo de pega em sistemas geopoliméricos. Segundo Huseien (2018), a redução do teor de cálcio, por

exemplo, aumenta os tempos de pega inicial e final, enquanto a maior concentração de CaO, como observado em materiais à base de escória de alto-forno, tende a acelerar a geopolimerização, resultando em tempos de pega mais curtos (Ahmad, 2016). Essa relação é corroborada por Al-Majidi et al. (2016), que destacaram que a inclusão de EAF na matriz geopolimérica reduz significativamente os tempos de pega.

Adicionalmente, Zhang et al. (2018) indicam que o teor de cálcio é determinante para os tempos de pega, com tempos iniciais e finais diminuindo à medida que a concentração de cálcio aumenta. O estudo também enfatiza que variáveis processuais, como a molaridade da solução de NaOH, afetam os tempos de pega de maneira significativa, sendo que maiores molaridades tendem a reduzir tanto o tempo inicial quanto o final (Saloma et al., 2016).

Assim, observa-se que, além da substituição do metacaulim *soft* pelo metacaulim *flint* não ter impacto significativo nos tempos de pega, essa invariabilidade pode ser atribuída também ao fato de que a formulação utilizada manteve constantes fatores determinantes, como o percentual de escória, que atua como fonte de cálcio, e a molaridade da solução de NaOH. Esses elementos desempenham papéis fundamentais no processo de geopolimerização, garantindo tempos de pega similares, independentemente da mudança na matéria-prima.

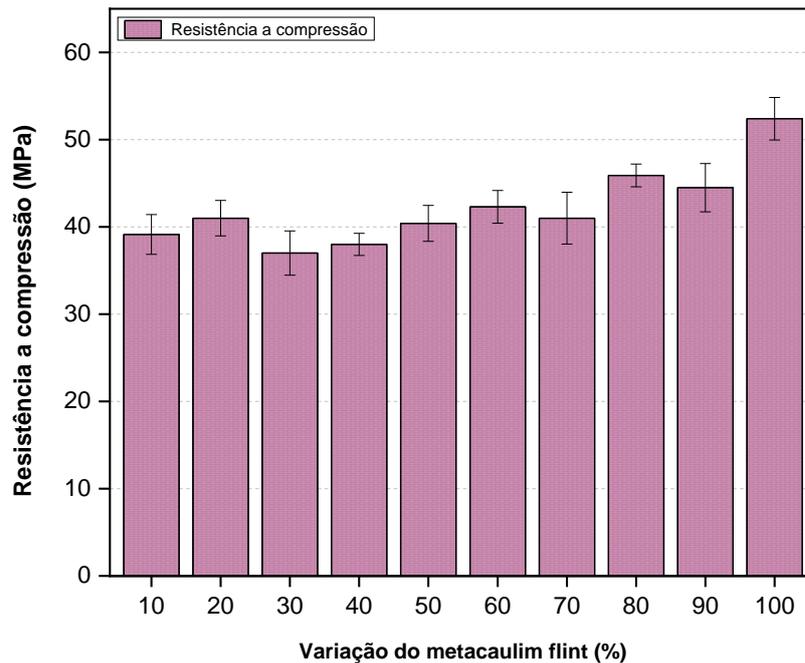
Na prática, o tempo de pega é um parâmetro essencial para o planejamento das etapas de transporte, vazamento e compactação das argamassas geopoliméricas. Assim, compreender os fatores que o influenciam, como o teor de cálcio, a molaridade da solução alcalina e a natureza dos precursores, é fundamental para o desenvolvimento de materiais com desempenho ajustado às necessidades específicas de aplicação.

4.3.2. Ensaio mecânicos

4.3.2.1. Ensaio de resistência à compressão em pastas

Após a confecção dos corpos de prova com substituição do metacaulim *soft* por metacaulim *flint*, foi realizado o ensaio mecânico de resistência a compressão. Os resultados podem ser observados na Figura 36.

Figura 36 - Resistência à compressão das pastas geopoliméricas com variações percentuais de metacaulim *flint*.



Fonte: Autora (2025)

Observa-se que a substituição do metacaulim ocorreu em acréscimos de 10%, até o corpo de prova onde foi utilizado inteiramente metacaulim *flint* (100%). Em relação aos resultados, não se pode concluir que existe uma relação direta entre o aumento de metacaulim *flint* e o aumento da resistência a compressão, porém o melhor resultado obtido foi com a substituição total por metacaulim *flint*, que apresentou resistência média de 52 MPa.

Almeida (2023), utilizando a mesma proporção de materiais precursores e tendo como matéria-prima o metacaulim *soft*, apresenta um resultado de 36,53 MPa, porém não é especificado a razão molar. Cruz (2023), apresenta um resultado de resistência a compressão de 44,79 MPa utilizando a mesma formulação, com o caulim *soft*.

Um outro ponto a ser destacado na formulação destes corpos de prova está relacionado a utilização de duas fontes de aluminossilicatos, que nesta pesquisa foram utilizados como precursores o metacaulim e a escória de alto-forno. Borges *et al.*, (2016) afirma que a ativação de dois aluminossilicatos, sendo um deles rico em cálcio, pode apresentar vantagens em relação a ativação de um único aluminossilicato isento de cálcio, como a melhora significativa na resistência mecânica, por exemplo. Segundo o autor, a melhora da resistência mecânica é resultado da coexistência de gel CASH e NASH, com o gel CASH preenchendo os poros e vazios na rede geopolimérica, bem como preenchendo as lacunas entre diferentes reações produtos e partículas que não reagiram.

No levantamento de hipóteses que justificariam uma resistência a compressão em ensaio mecânico com valores superiores a 40 MPa, é de se destacar também o fator da calcinação do caulim *flint* (CF). A calcinação do CF a temperatura em torno de 800°C já é conhecida como uma adição mineral pozolânica de alta reatividade, com características semelhantes as identificadas nas pozolanas comerciais baseadas em metacaulim (Barata, 2007; Barata e Angélica, 2012; Junior 2020)

Outra conjectura a ser analisada que pode contribuir para os bons resultados de resistência a compressão está relacionado a concentração de caulinita presente no caulim *flint*. Segundo Junior (2020), o fato do CF ser constituídos basicamente por caulinita demonstra a excelente qualidade como matéria-prima para a produção da metacaulinita de alta reatividade a um custo baixo. Junior (2020) afirma que a alta concentração de caulinita no caulim *flint* propiciou a produção de um metacaulim de alta reatividade, fase responsável pela atividade pozolânica das argilas calcinadas. Em seu trabalho, observa-se que a reatividade da argila calcinada é substancialmente dependente do teor de caulinita da argila. Os ensaios de caracterização morfológica e mineralógica corroboram tal hipótese, confirmando a alta concentração de caulinita no percussor CF utilizado.

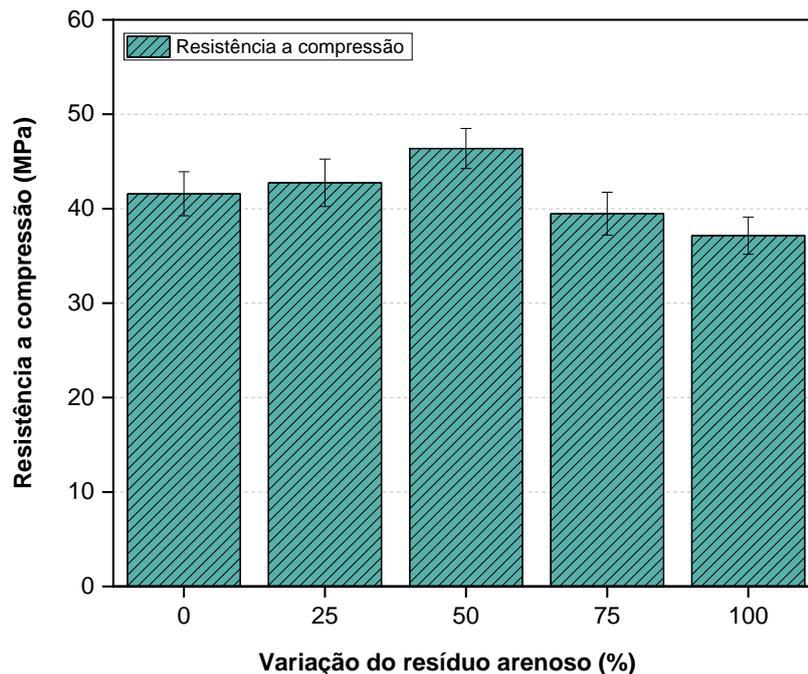
Além das hipóteses citadas acima, existe também a característica da estrutura cristalina do caulim *flint*. Segundo Barata e Angélica (2012), a reatividade das pozolanas é fortemente influenciada pela quantidade de defeitos na estrutura cristalina da caulinita. Estudos indicam que caulinitas com maior quantidade de defeitos são as mais apropriadas para a produção da metacaulinita porque proporcionam maiores taxas de desidroxilação e, conseqüentemente, maior reatividade. A análise morfológica confirma o caráter de desarranjo estrutural no caulim. É possível verificar tal desarranjo estrutural bastante acentuado também nos gráficos de DRX da metacaulinita de origem do CF, onde a curva tem característica clara de material amorfo.

Logo, considerando que o metacaulim *flint* é derivado de resíduos provenientes da mineração, sua utilização contribui para a sustentabilidade ao reaproveitar materiais descartados e reduzir o impacto ambiental. Além disso, a resistência à compressão da pasta produzida com esse resíduo apresentou um bom desempenho nos ensaios mecânicos realizados. Diante disso, optou-se pela substituição integral do metacaulim soft pelo metacaulim *flint* na formulação das argamassas subsequentes, assim como na produção de concreto, reforçando sua viabilidade técnica e ambiental.

4.3.2.2. Ensaio de Resistência a compressão em argamassas

Com o objetivo de avaliar o desempenho mecânico das argamassas geopoliméricas produzidas, foi realizado um ensaio de resistência à compressão, cujos resultados estão apresentados na Figura 37.

Figura 37 - Resistência à compressão das argamassas geopoliméricas com as variações em percentuais do resíduo arenoso



Fonte: Autora (2025)

Com base nos resultados apresentados na Figura 37, observa-se que a adição do resíduo arenoso de caulim em diferentes proporções influenciou o desempenho mecânico das argamassas geopoliméricas. Inicialmente, o aumento na resistência à compressão observado para 50% de substituição da areia convencional pelo resíduo arenoso pode ser atribuído a uma melhor compactação da matriz e a uma interação favorável entre a pasta geopolimérica e o resíduo, conforme sugerido por Zhang et al. (2018), que destacam o papel crucial da proporção ligante/areia na resistência à compressão de argamassas geopoliméricas.

Por outro lado, para proporções superiores a 50% de substituição, houve uma redução na resistência à compressão. Esse comportamento pode estar relacionado a fatores como a granulometria mais fina do resíduo arenoso, que, apesar de contribuir inicialmente para a compactação, em maiores proporções pode ter causado um aumento na porosidade total do

material. Duxson et al. (2005) afirmam que a porosidade, incluindo o volume e a distribuição dos poros, é um dos fatores determinantes para as propriedades mecânicas dos geopolímeros. A presença de caulinita no resíduo, em seu estado cristalino, implica que esse componente não participa da reação de geopolimerização. Além disso, devido ao seu tamanho reduzido em relação à faixa granulométrica dos agregados convencionais, a caulinita também não desempenha eficientemente o papel de agregado miúdo. Como resultado, sua atuação no material ocorre principalmente como um componente inerte, o que pode impactar negativamente tanto a coesão da matriz quanto a eficiência do empacotamento granular. Esse comportamento foi também observado por Sahin et al. (2021), que relatam que agregados inertes podem diminuir a eficiência da ligação interfacial entre o gel geopolimérico e o agregado. Este autor destacou que a estrutura da interface entre a matriz e o agregado é essencial para reduzir a formação de poros e aumentar a resistência mecânica.

Ainda segundo Temuujin (2010), a resistência à compressão das argamassas geopoliméricas depende da resistência do gel geopolimérico, da ligação interfacial entre este e os agregados e, até certo ponto, das características do próprio agregado. No caso do resíduo arenoso de caulim, sua menor granulometria, quando comparada ao agregado miúdo convencional, pode ter resultado em um baixo empacotamento granular e contribuído para a formação de zonas de transição frágeis, conforme observado também por Sahin et al. (2021).

Além disso, o processo de mistura utilizado durante a fabricação das argamassas pode ter contribuído para os resultados observados. Durante a mistura na argamassadeira eletromecânica, foi relatada a formação de bolhas de ar que não foram eliminadas até o fim da pega, resultando na presença de defeitos internos na matriz endurecida. Esse fenômeno pode explicar, em parte, porque a resistência à compressão das argamassas foi inferior aos valores obtidos na pasta geopolimérica correspondente. Estudos como o de Zhang et al. (2018) destacam que a estrutura porosa da matriz, associada a parâmetros como tempo e modo de mistura, desempenha um papel crucial na resistência mecânica final.

Almeida (2023) desenvolveu um estudo no qual analisou o teor ideal de agregado miúdo para a produção de argamassas geopoliméricas, utilizando metacaulim e escória de alto-forno como materiais precursores. Como resultado, obteve o melhor desempenho mecânico com um teor de 40% de agregado miúdo, alcançando uma resistência à compressão de 41,15 MPa, após 7 dias de cura. Em contrapartida, Dlugokencki utilizou resíduos cerâmicos refratários como agregado miúdo em argamassas à base de metacaulim. Para corpos de prova curados à temperatura ambiente, encontrou resistência média de 22,45 MPa. Por sua vez, Sahin et al. (2021) investigaram o uso de resíduos de concreto residual como agregado em argamassas

geopoliméricas, atingindo uma resistência média de 32 MPa aos 7 dias de cura, utilizando metacaulim e escória como matriz.

Os valores de resistência à compressão obtidos no presente estudo são consistentes com os reportados na literatura. Mesmo os valores mais baixos registrados ainda se encontram dentro de uma faixa aceitável, evidenciando o potencial do resíduo arenoso de caulim como material alternativo. Além de viabilizar o aproveitamento de um subproduto industrial, sua utilização contribui para a sustentabilidade no setor da construção civil, reduzindo a dependência de agregados naturais e mitigando os impactos ambientais associados ao descarte inadequado de resíduos. Assim, o emprego desse resíduo em argamassas geopoliméricas destaca-se como uma solução eficiente e sustentável, alinhada às demandas por inovação e preservação ambiental.

4.3.3. Ensaio Físicos

A Tabela 11 apresenta os resultados das propriedades físicas das argamassas geopoliméricas, incluindo absorção de água, índice de vazios e massa específica seca, considerando diferentes proporções de substituição do agregado miúdo convencional (areia) pelo resíduo arenoso do caulim (RAC).

Tabela 11 - Propriedades físicas das argamassas geopoliméricas com substituição do agregado miúdo

Amostra	Absorção de água (%)	Índice de vazios (%)	Massa específica da amostra seca (ρ_s)	Massa específica da amostra saturada (ρ_{sat})	Massa específica real (ρ_r)
1 (100% AREIA)	14,14	23,21	1,64	1,87	2,13
2 (100% RAC)	13,97	23,19	1,66	1,89	2,16
3 (50% - 50% RAC)	12,93	22,49	1,74	1,96	2,24
4 (75% RAC - 25% AREIA)	15,05	23,98	1,59	1,83	2,09
5 (75% AREIA - 25% RAC)	16,26	25,19	1,55	1,80	2,07

Fonte: Autora (2025)

Os valores obtidos indicam que a substituição parcial de 50% do agregado convencional pelo resíduo arenoso foi a proporção que apresentou resultados mais promissores, promovendo uma matriz mais compacta, com menor índice de vazios e absorção de água, e maior massa específica seca. Estudos como os de Zhang et al. (2018) reforçam que uma granulometria bem distribuída desempenha um papel crucial na redução da porosidade, pois o preenchimento de

microvazios pelas partículas mais finas do resíduo melhora a densificação da matriz. Da mesma forma, Hassani e Kazemian (2024) destacam que a escolha de um agregado adequado pode reduzir a conectividade dos poros, melhorando significativamente a resistência mecânica e a durabilidade.

Por outro lado, as proporções extremas de substituição (0% e 100%) apresentaram comportamento distinto. A ausência de resíduo arenoso (0%) resultou em um índice de vazios relativamente elevado (23,21%) e maior absorção de água (14,14%), o que pode ser atribuído à menor eficiência no empacotamento granular da areia convencional. Esse comportamento está alinhado com os achados de Temuujin et al. (2010), que demonstram que o uso exclusivo de agregados de granulometria uniforme pode levar à formação de microvazios na matriz, comprometendo sua densidade. Em contrapartida, a substituição total (100%) pelo resíduo arenoso também apresentou valores elevados de índice de vazios (25,20%) e absorção (16,26%), indicando que, apesar de sua granulometria mais fina, o resíduo não foi capaz de proporcionar um empacotamento eficiente quando utilizado isoladamente. Essa limitação pode ser explicada pela composição química do resíduo, que contém caulinita em estado cristalino, material inerte em termos de reatividade geopolimérica, como descrito por Duxson et al. (2005) e Zhang et al. (2018).

A massa específica seca também apresentou variações significativas entre as proporções testadas. A maior densidade foi obtida na substituição de 50% (1,7407 g/cm³), corroborando com Sahin et al. (2021), que destacam o impacto positivo de agregados bem compactados na densificação das argamassas. Por outro lado, a substituição de 100% pelo resíduo resultou em uma densidade ligeiramente inferior (1,6602 g/cm³), sugerindo que, em proporções elevadas, o resíduo arenoso pode prejudicar a compactação da matriz, conforme observado por Nuaklong (2016), que apontou que a presença de partículas finas em excesso pode aumentar a porosidade total.

Além disso, a análise do comportamento físico das argamassas está intimamente relacionada à resistência à compressão, um indicador crucial de desempenho mecânico. De acordo com os resultados discutidos por Mehta e Monteiro (1994) e Pacheco-Torgal (2011), a porosidade e a absorção de água são fatores determinantes para a resistência e a durabilidade de materiais cimentícios. Assim, a proporção de 50% de substituição não apenas promoveu as propriedades físicas mais adequadas para aplicação em materiais cimentícios, mas também garantiu uma resistência mecânica superior, como relatado por Temuujin et al. (2010). Esse equilíbrio ideal entre granulometria, compactação e interação interfacial foi essencial para

minimizar a formação de zonas de transição frágeis, melhorando a coesão e a transferência de tensões dentro da matriz endurecida.

Por fim, o processo de mistura também desempenhou um papel significativo na formação de porosidade, conforme evidenciado pelos estudos de Zhang et al. (2018). A formação de bolhas de ar durante o processo de mistura foi um fator comum a todas as composições, podendo ter "mascarado" diferenças mais pronunciadas nos resultados de porosidade e absorção. Essa observação destaca a necessidade de otimizar os parâmetros de mistura para minimizar defeitos internos e maximizar o potencial do resíduo arenoso como agregado miúdo em argamassas geopoliméricas.

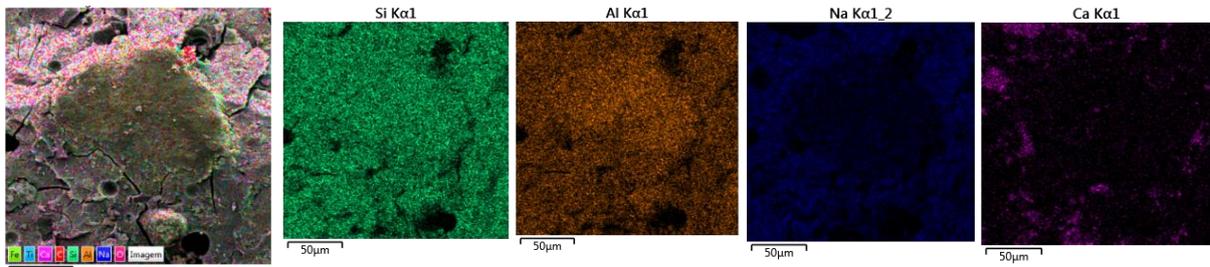
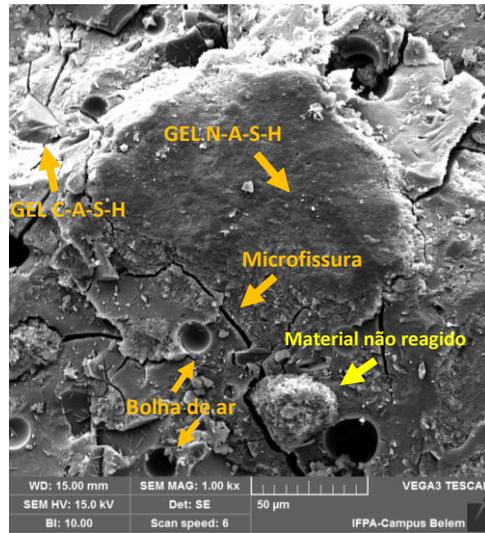
4.3.4. Análise microestrutural

4.3.4.1. Análise microestrutural das argamassas

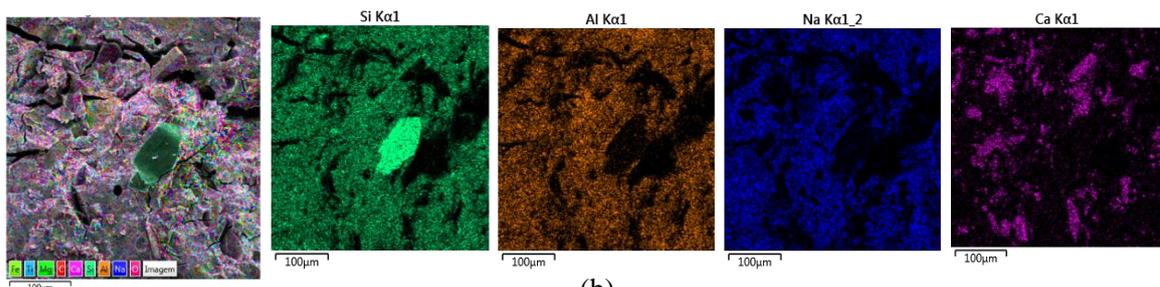
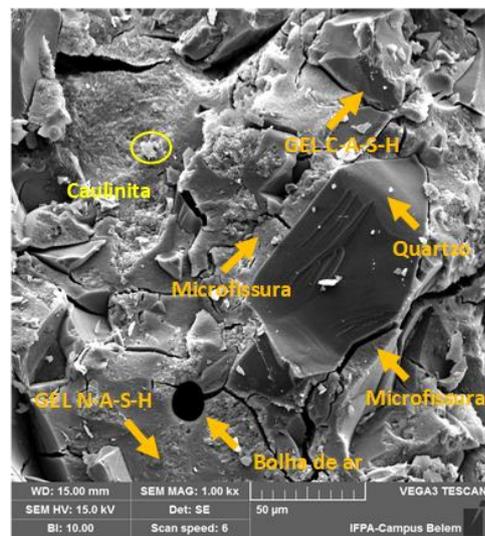
A Figura 38 apresenta as micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), associadas às análises por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), das argamassas geopoliméricas produzidas com diferentes proporções de substituição de areia convencional pelo resíduo arenoso de caulim. Nessas imagens, é possível observar a microestrutura das amostras com ampliação de 1000x, além de identificar a composição química de elementos fundamentais, como silício (Si), alumínio (Al), sódio (Na) e cálcio (Ca), por meio dos mapas elementares gerados.

Essas análises permitem estabelecer uma correlação direta entre a composição química e a caracterização microestrutural, possibilitando a avaliação do impacto dessas mudanças na substituição dos materiais no desempenho mecânico e físico das amostras.

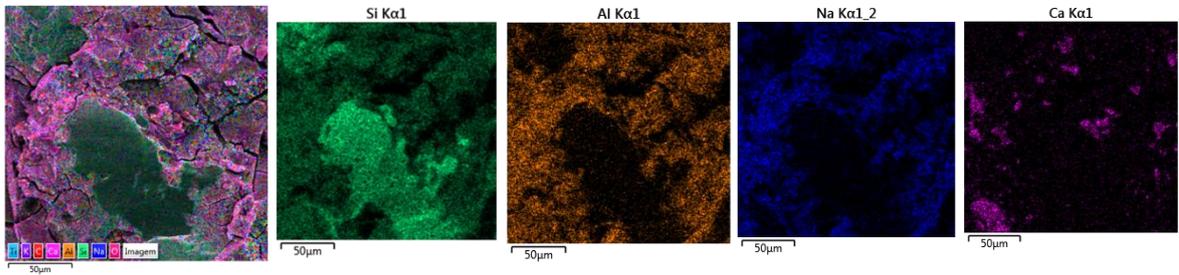
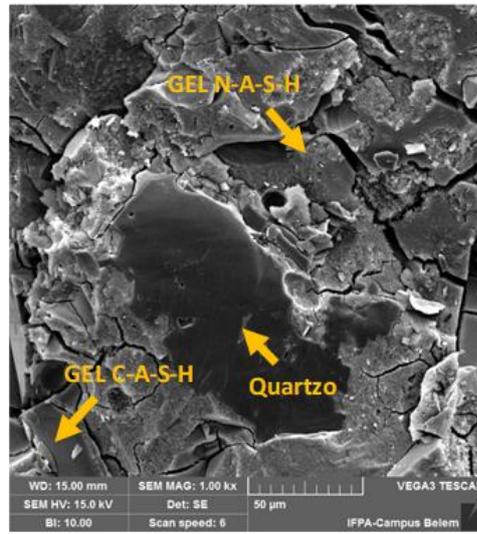
Figura 38 - Análise morfológica e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) das amostras de argamassas com aumento de 1000x: (a) 100% areia convencional; (b) 75% areia convencional e 25% resíduo arenoso; (c) 50% areia convencional e 50% resíduo arenoso; (d) 25% areia convencional e 75% resíduo arenoso; (e) 100% resíduo arenoso.



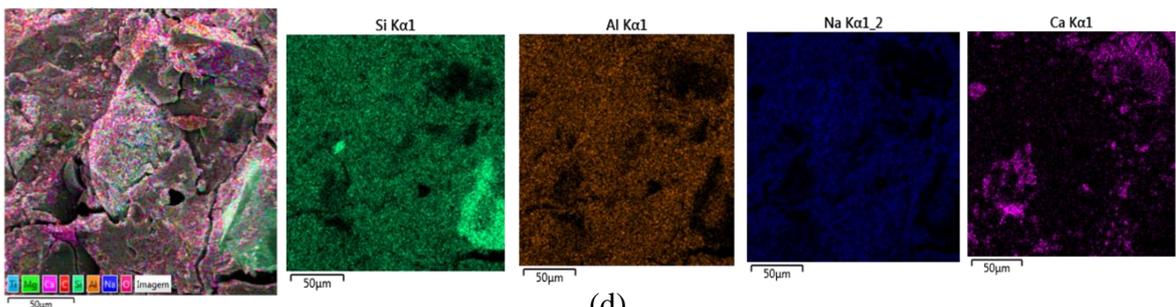
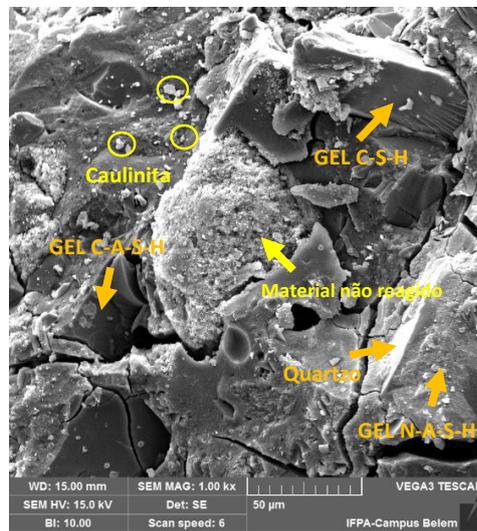
(a)



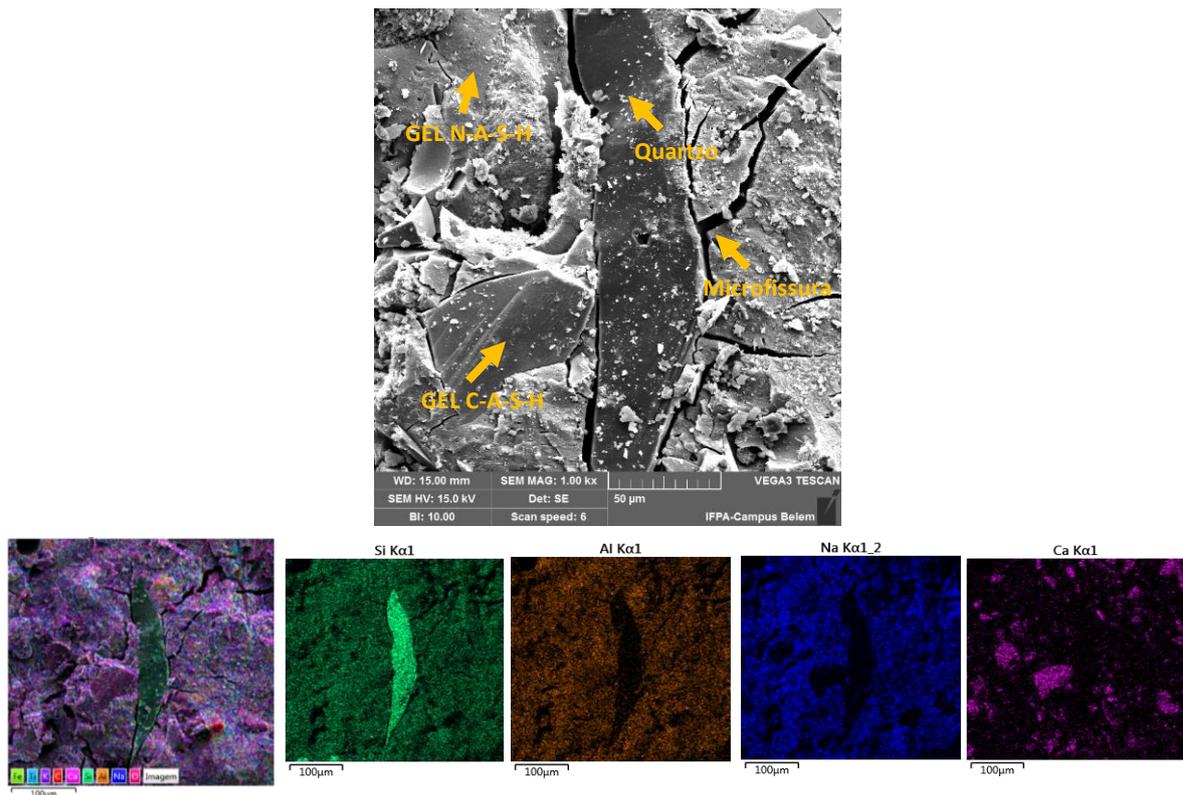
(b)



(c)



(d)



(e)

Fonte: Autora (2025)

A formação dos géis N-A-S-H e C-A-S-H foi observada em todas as formulações analisadas como evidenciado pelas análises de EDS (Figura 38). O gel C-A-S-H, formado devido à presença de cálcio, demonstrou ser um fator determinante na melhoria da densidade e no preenchimento dos poros, reduzindo significativamente a porosidade da matriz e, conseqüentemente, melhorando a resistência à compressão. Essas características foram especialmente notáveis nas formulações com menores teores de substituição de areia, onde os géis estavam bem distribuídos e contribuíram para a densificação estrutural.

Na formulação com 0% de substituição (Figura 38(a)), as imagens de MEV evidenciaram uma matriz relativamente densa, com formação significativa dos géis N-A-S-H e C-A-S-H. Apesar disso, a presença de bolhas de ar e material não reagido foi identificada, indicando a existência de defeitos internos que comprometem a homogeneidade da matriz. Esses fatores explicam os valores intermediários de resistência à compressão e a maior absorção de água, devido ao preenchimento menos eficiente dos vazios em comparação com formulações otimizadas.

Com a substituição de 25% da areia convencional pelo resíduo arenoso (Figura 38(b)), a microestrutura apresentou melhorias significativas, com menor quantidade de caulinita

crystalina não reagida e uma matriz mais homogênea. O EDS confirmou a presença de quartzo, um componente essencial na contribuição para a resistência mecânica devido à sua elevada dureza. Entretanto, bolhas de ar ainda foram observadas, sugerindo que o processo de mistura poderia ser otimizado para reduzir esses defeitos e melhorar ainda mais a eficiência da matriz.

A formulação com 50% de substituição ((Figura 38(c)) destacou-se como a mais promissora em termos de desempenho mecânico. As imagens de MEV revelaram uma matriz densamente compactada, com boa coesão na interface matriz-agregado. Os géis N-A-S-H e C-A-S-H estavam bem distribuídos, preenchendo os poros e promovendo uma ligação forte entre a pasta e os agregados. A ausência de material não reagido e a menor porosidade confirmam que esta formulação apresenta o equilíbrio ideal entre densidade e resistência mecânica, como evidenciado pelo maior valor de resistência à compressão (46,37 MPa). Resultados semelhantes foram descritos por Zhang et al. (2018), que relataram a formação de matrizes mais densas e resistentes em argamassas geopoliméricas com maior concentração de géis.

Com a substituição de 75% da areia convencional ((Figura 38(d)), a microestrutura começou a apresentar limitações significativas. A maior quantidade de caulinita cristalina não reagida, atuando como material inerte, aumentou a porosidade da matriz, enquanto fraturas intergranulares foram observadas na interface entre os grãos de quartzo e a matriz geopolimérica. Esse comportamento comprometeu tanto a densidade quanto a resistência estrutural da argamassa, refletindo na queda da resistência à compressão.

Na formulação com 100% de substituição pelo resíduo arenoso ((Figura 38(e)), a microestrutura apresentou-se altamente comprometida, com elevada porosidade e menor coesão estrutural. A presença predominante de caulinita não reagida e a ocorrência de fraturas transgranulares na interface quartzo-matriz evidenciaram a fragilidade dessa composição. O EDS confirmou que o quartzo, apesar de estar envolto pelo gel N-A-S-H, apresentou fraca adesão à matriz, o que contribuiu para a menor resistência à compressão obtida (37,15 MPa).

Esses resultados estão alinhados com estudos da literatura. Sahin et al. (2021) observaram que microestruturas densas e homogêneas em argamassas geopoliméricas resultavam em melhor desempenho mecânico, enquanto a presença de defeitos internos, como bolhas de ar e microfissuras, prejudicava a ligação matriz-agregado. Mhaya et al. (2024) destacaram que a formação de géis cimentantes C-A-S-H, como observado neste trabalho, foi determinante na redução da porosidade e na melhoria da resistência mecânica. Já Zailani et al. (2024) enfatizaram a importância da coesão na interface matriz-agregado, indicando que ligações homogêneas e livres de rachaduras são cruciais para o desempenho das argamassas.

Adicionalmente, Temmujin (2010) descreveu a influência da cristalinidade dos agregados no desempenho estrutural das argamassas geopoliméricas. No presente estudo, a caulinita cristalina dispersa em altas proporções nas formulações com 75% e 100% de substituição limitou a densidade da matriz, dificultando a formação de géis cimentantes e comprometendo as propriedades físicas e mecânicas.

Os resultados obtidos neste trabalho indicam que a substituição de até 50% de areia convencional por resíduo arenoso de caulim é uma estratégia eficiente e sustentável, garantindo um equilíbrio entre densidade, resistência mecânica e durabilidade. A análise morfológica por MEV e EDS confirmou que a formação de géis cimentantes, a redução de porosidade e a coesão na interface matriz-agregado são fatores fundamentais para a otimização das propriedades das argamassas geopoliméricas. As formulações com maiores proporções de substituição, embora sustentáveis, apresentaram limitações estruturais significativas devido à presença de material inerte e à maior porosidade. Esses achados destacam a importância de ajustar as proporções e os processos de mistura para maximizar o potencial do resíduo arenoso como agregado sustentável.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho investigou a potencialidade do uso de resíduos da mineração de caulim, especificamente o metacaulim *flint* e o resíduo arenoso, como insumos na produção de materiais cimentícios geopoliméricos, considerando aspectos técnicos e ambientais.

A análise de DRX destacou presença de caulinita, um aluminossilicato essencial para o processo de geopolimerização, enquanto a análise de perda ao fogo corroborou a presença esperada de água estrutural característica da caulinita. Além disso, o metacaulim *flint* apresentou desorganização estrutural em consequência de seu amorfismo, características desejáveis para reatividade geopolimérica, como evidenciado pelas imagens de MEV. Essas propriedades indicam que o metacaulim *flint* possui potencial equivalente, ou até superior, ao metacaulim *soft*, tradicionalmente utilizado, para aplicação na formulação de geopolímeros.

A substituição total do metacaulim *soft* pelo metacaulim *flint* resultou em pastas geopoliméricas com resistência à compressão de 52 MPa, o melhor desempenho entre todas as formulações avaliadas. Esse desempenho evidencia a alta reatividade e compatibilidade do metacaulim *flint* no processo de geopolimerização, além de reforçar sua viabilidade como matéria-prima sustentável, eliminando a dependência de insumos convencionais.

Em relação às argamassas, os resultados demonstraram que a substituição de 50% da areia convencional pelo resíduo arenoso de caulim proporcionou o melhor desempenho mecânico, alcançando 46,37 MPa em resistência à compressão. Além disso, essa proporção de substituição também apresentou os melhores resultados nos ensaios físicos, como menor absorção de água, menor porosidade e maior massa específica.

A análise morfológica (MEV) confirmou a formação de uma matriz densamente compactada, com uma boa interação entre a pasta geopolimérica e o resíduo arenoso, reforçando a eficácia dessa substituição.

Segundo os parâmetros normativos da construção civil, a argamassa geopolimérica desenvolvida apresenta um desempenho significativamente superior aos requisitos mínimos estabelecidos. Esses resultados indicam que a argamassa proposta não apenas atende, mas supera amplamente as exigências normativas, demonstrando sua viabilidade para diversas aplicações na construção civil. Além disso, sua composição sustentável, com o uso de resíduos da indústria de mineração, reforça seu potencial como alternativa ecológica aos materiais convencionais.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Explorar a otimização de parâmetros de formulação, como molaridade da solução alcalina e variações no traço de argamassas.

Otimização da mistura e do processo de moldagem para minimizar a formação de bolhas, garantindo uma matriz mais homogênea e sem interferências na resistência mecânica.

Investigação da durabilidade da argamassa geopolimérica em diferentes condições ambientais, incluindo ciclos de umidade/secagem e exposição a agentes agressivos.

Estudo do comportamento reológico da pasta geopolimérica, avaliando a trabalhabilidade e fluidez em diferentes condições de mistura e cura.

Avaliação do desempenho térmico e da resistência ao fogo das argamassas geopoliméricas, comparando-as às argamassas convencionais.

7. REFERÊNCIAS

AHMAD, L. et al. Potential applications of geopolymer concrete in construction: A review. *Case Studies in Construction Materials*, v. 15, p. e00733, 2021. ISSN 2214-5095.

AL-HUSSEINAWI, F. N. et al. The impact of molar proportion of sodium hydroxide and water amount on the compressive strength of slag/metakaolin (waste materials) geopolymer mortar. *Advances in Civil Engineering*, v. 2022, n. 1, p. 5910701, 2022.

AL-MAJIDI, M. H. et al. Development of geopolymer mortar under ambient temperature for in situ applications. *Construction and Building Materials*, v. 120, p. 198-211, 2016.

ALMEIDA, B. M. *Estudo das propriedades mecânicas de materiais cimentícios geopoliméricos produzidos a partir de metacaulim e escória de alto-forno*. 2023. 132 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2023.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE - ACI. *ACI 116R: Cement and concrete terminology*. Farmington Hills, USA: American Concrete Institute, 2000.

APOLONIO, P. H. et al. Produção de geopolímeros utilizando cinza da casca de arroz como fonte complementar de sílica. *Cerâmica*, v. 66, p. 172-178, 2020.

ARRUDA, E. S.; BARATA, M. S. Cimento de baixo impacto ambiental a partir dos resíduos caulíníticos da Amazônia. *Revista Matéria*, v. 27, n. 1, 2022.

ASSI, L. et al. Sustainable concrete: Building a greener future. *Journal of Cleaner Production*, v. 198, p. 1641-1651, 2018. ISSN 0959-6526.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 11579: Cimento Portland – Determinação da finura por meio da peneira 75 μm* . Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 12653: Materiais pozolânicos*. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 15894-1: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 1 – Requisitos*. Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos*. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 16886: Concreto - Amostragem de concreto fresco*. Rio de Janeiro, 2020.

AZIMI, E. A. et al. Strength development and elemental distribution of dolomite/fly ash geopolymer composite under elevated temperature. *Materials*, v. 13, p. 1015, 2020.

BARATA, M. S.; ANGÉLICA, R. S. Caracterização dos resíduos caulínicos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade. *Cerâmica*, v. 58, n. 345, p. 36-42, mar. 2012.

BARATA, M. S. *Aproveitamento dos resíduos caulínicos das indústrias de beneficiamento de caulim da região amazônica como matéria-prima para fabricação de um material de construção (pozolanas)*. 2007. 172 f. Tese (Doutorado em Geologia e Geoquímica) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2007.

BARBOSA, T. R. et al. Preparation of mesoporous geopolymer using metakaolin and rice husk ash as synthesis precursors and its use as potential adsorbent to remove organic dye from aqueous solutions. *Ceramics International*, v. 44, n. 1, p. 416–423, 2018.

BARRETO, I. A. R. *Aplicação de resíduos da mineração de bauxita na síntese de geopolímeros*. 2022. 110 f. Tese (Doutorado em Geologia e Geoquímica) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2022.

BIDWE, S. S.; HAMANE, A. A. Effect of different molarities of sodium hydroxide solution on the strength of geopolymer concrete. *American Journal of Engineering Research*, v. 4, p. 139-145, 2015.

BIGNO, I. C. *Geopolímeros à base de resíduos agrícolas e agroindustriais*. 2008. 208 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.

BLANCO, I.; CATAURO, M. Geopolymers - Design, Preparation, and Applications. *Polymers*, v. 14, n. 5, p. 853, 2022.

BOTELHO, M. H. C.; MARCHETTI, O. *Concreto armado Eu te amo*. São Paulo: Blucher, 2018.

CAMPOS, A. P.; MONTEIRO, C. C.; DA SILVA, J. P. A.; SILVA, R. D. Caulim. Sumário Brasileiro Mineral – Caulim, 2018.

CARNEIRO, B. S.; ANGÉLICA, R. S.; SCHELLER, T.; DE CASTRO, A. S.; NEVES, R. F. Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará. *Cerâmica*, v. 49, p. 237-244, 2003.

CARVALHO, S. Z. F.; VERNILLI, B.; ALMEIDA, M. D.; OLIVEIRA, S. N.; SILVA. Reducing environmental impacts: The use of basic oxygen furnace slag in Portland cement. *Journal of Cleaner Production*, v. 172, p. 385-390, 2018. ISSN 0959-6526.

CECHIN, L. et al. Análise da viabilidade técnica da produção de compósitos cerâmicos utilizando resíduos de minério de ferro da Barragem do Fundão e escória de alto-forno à carvão vegetal. 2021.

CHAKCHOUK, A. et al. Formulation of blended cement: Effect of process variables on clay pozzolanic activity. *Construction and Building Materials*, v. 23, n. 3, p. 1365-1373, 2009.

CHENG, T.; LEE, M.; KO, M.; UENG, T.; YANG, S. The heavy metal adsorption characteristics on metakaolin-based geopolymer. *Applied Clay Science*, v. 56, p. 90-96, 2012.

CRIADO, M. A.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ. Alkali activation of fly ashes. Part 1: Effect of curing conditions on the carbonation of the reaction products. *Fuel*, v. 84, n. 16, p. 2048-2054, 2005. ISSN 0016-2361.

CRUZ, K. S. P. Produção de agregados sintéticos para a construção civil a partir de materiais geopoliméricos. 111 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2023.

CUI, X. M.; LIU, L. P.; HE, Y.; CHEN, J. Y.; ZHOU, J. A novel aluminosilicate geopolymer material with low dielectric loss. *Materials Chemistry and Physics*, v. 130, p. 1-4, 2011.

DAVIDOVITS, J. 30 Years of successes and failures in geopolymer applications. Market trends and potential breakthroughs. Geopolymer Institute. Geopolymer Conference, Melbourne, Australia, 28-29 out. 2002.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer: Chemistry and applications. 3. ed. St-Quentin: Institut Géopolymère, 2011.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer chemistry and applications. Geopolymer Institute, 2008.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer cement: A review. Geopolymer Institute. *Technical papers*, v. 21, p. 1-11, 2013.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic polymeric new materials. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 37, n. 8, p. 1633-1656, 1991.

DAVIDOVITS, J. Polymers and Geopolymers. Geopolymer Chemistry and Applications. 4. ed. France: Institut Géopolymère, 2015. Cap. 1, p. 3-16.

DAVIDOVITS, J. Properties of Geopolymeric Cements. Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, Kiev, Ukraine, p. 131-149, 1994.

DE ARAÚJO SANTANA, Cléo M. et al. Avaliação da reatividade de rejeitos de caulim para uso como precursor geopolimérico. *Conjecturas*, v. 21, n. 5, p. 362-380, 2021.

DLUGOKENCKI, C. A. Análise do comportamento mecânico e microestrutural de argamassas geopoliméricas à base de metacaulim e resíduos cerâmicos refratários submetidas a ciclos

térmicos. 2022. 112 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2022.

DUPUY, C.; HAVETTE, J.; GHARZOUNI, A.; TEXIER-MANDOKI, N.; BOURBON, X.; ROSSIGNOL, S. Metakaolin-based geopolymer: Formation of new phases influencing the setting time with the use of additives. *Construction and Building Materials*, v. 200, p. 272-281, 2019.

DUXSON, P. et al. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 292, n. 1, p. 8-20, 2006.

DUXSON, P. et al. The role of inorganic polymer technology in the development of ‘green concrete’. *Cement and Concrete Research*, v. 37, n. 12, p. 1590-1597, 2007a.

DUXSON, P. et al. Geopolymer technology: The current state of the art. *Journal of Materials Science*, v. 42, n. 9, p. 2917-2933, 2007b.

DUXSON, P. et al. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 269, n. 1-3, p. 47-58, 2005.

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

FARIA, R. A. Beneficiamento e caracterização do caulim da região de Prado (BA). Trabalho Final de Curso (Graduação em Geologia) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2019.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; CRISTELO, N.; MIRANDA, T.; PALOMO, A. Sustainable alkali activated materials: Precursor and activator derived from industrial wastes. *Journal of Cleaner Production*, v. 162, p. 1200-1209, 2017.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Composition and microstructure of alkali-activated fly ash binder: Effect of the activator. *Cement and Concrete Research*, v. 35, p. 1984-1992, 2005.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A.; REVUELTA, D. Alkali activation of industrial by-products to develop new earth-friendly cements. In: International Conference on Nonconventional Materials and Technologies (nomat), 11., 2009, Bath, UK. Anais [...]. Bath, UK, 2009.

FERNANDO, PACHECO-TORGAL; SAID, JALALI. Resistance to acid attack, abrasion and leaching behavior of alkali-activated mine waste binders. *Materials and Structures*, v. 44, p. 487-498, 2011.

FROENER, M. S. Valorização de cinza de fundo por meio da síntese de ligantes geopoliméricos: otimização de traços em pasta e avaliação dos sistemas em argamassas. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.

GANESH, A. CHITHAMBAR; MUTHUKANNAN, M. Development of high performance sustainable optimized fiber reinforced geopolymer concrete and prediction of compressive strength. *Journal of Cleaner Production*, v. 282, p. 124543, 2021.

GARTNER, E. M.; MACPHEE, D. E. A physico-chemical basis for novel cementitious binders. *Cement and Concrete Research*, v. 41, n. 7, p. 736-749, 2011.

GLASBY, T. et al. EFC geopolymer concrete aircraft pavements at Brisbane West Wellcamp Airport 2015. In: concrete 2015 conference, 2015, Melbourne, Austrália. Anais [...]. Melbourne, Austrália, 2015.

GLID, M.; SOBRADOS, I.; RHAJEM, H. BEN; SANZ, J.; AMARA, A. B. H. Alkaline activation of metakaolinite-silica mixtures: role of dissolved silica concentration on the formation of geopolymers. *Ceramics International*, v. 43, n. 15, p. 12641-12650, 2017.

GOMES, A.; PINTO, A. P. F.; PINTO, B. *Cimento Portland e adições*. [S.l.: s.n.], 2013.

GRANIZO, M. L. et al. Influence of the starting kaolin on alkali-activated materials based on metakaolin: study of the reaction parameters by isothermal conduction calorimetry. *Journal of Materials Science*, v. 35, p. 6309-6315, 2000.

HABEEB, G. A.; MAHMUD, H. B. Study on properties of rice husk ash and its use as cement replacement material. *Materials Research*, 2010.

HAJJAJI, W. et al. Composition and technological properties of geopolymers based on metakaolin and red mud. *Materials & Design*, v. 52, p. 648-654, 2013.

HASSANI, A.; KAZEMIAN, F. Investigating geopolymer mortar incorporating industrial waste using response surface methodology: a sustainable approach for construction materials. *Case Studies in Construction Materials*, v. 21, p. e03609, 2024.

HUDSON-EDWARDS, K. A.; JAMIESON, H. E.; LOTTERMOSER, B. G. Resíduos de minas: passado, presente, futuro. *Elementos*, v. 7, n. 6, p. 375-380, 2011.

HUSEIEN, G. F. et al. Influence of different curing temperatures and alkali activators on properties of GBFS geopolymer mortars containing fly ash and palm-oil fuel ash. *Construction and Building Materials*, v. 125, p. 1229-1240, 2016.

ISMAIL, I. et al. Modification of phase evolution in alkali-activated blast furnace slag by the incorporation of fly ash. *Cement and Concrete Composites*, v. 45, p. 125-135, jan. 2014.

JINDAL, B. B. et al. Concreto geopolimérico com metacaulim para a sustentabilidade: uma revisão abrangente sobre propriedades, síntese, desempenho e aplicação potencial da matéria-prima. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 30, p. 25299-25324, 2023.

JOHN, V. M. *Cimentos de escória ativada com silicatos de sódio*. 1995. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995.

JUNIOR, A. S. E. Cimentos de baixo impacto ambiental (LC³) a partir dos resíduos caulínícos da Amazônia. 2020. 150 f. Dissertação (Mestrado em Arquitetura e Urbanismo) – Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2020.

KHEIMI, M. et al. Waste material via geopolymerization for heavy-duty application: a review. *Materials*, v. 15, p. 3205, 2022.

KIHARA, Y. O estudo mineralógico das cinzas volantes brasileiras: origem, características e qualidade. 1983. Tese (Doutorado em Mineralogia e Petrologia) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1983.

KRISHNA, R. S. et al. Mine tailings-based geopolymers: properties, applications and industrial prospects. *Ceramics International*, v. 47, n. 13, p. 17826-17843, 2021.

KUENZEL, C. et al. Influence of sand on the mechanical properties of metakaolin geopolymers. *Construction and Building Materials*, v. 66, p. 442-446, 2014.

LATELLA, B. A. et al. Mechanical properties of metakaolin-based geopolymers with molar ratios of $\text{Si/Al} = 2$ and $\text{Na/Al} = 1$. *Journal of Materials Science*, v. 43, p. 2693-2699, 2008.

LENHARDT, K. R. et al. Síntese de aluminossilicatos ordenados de curto alcance em condições ambientais. *Scientific Reports*, v. 11, p. 4207, 2021.

LEVY, S. M. Contribuição ao estudo da durabilidade de concretos produzidos com resíduos de concreto e alvenaria. 2001. 199 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

LIVI, C. N. Desenvolvimento de pasta de geopolímero a base de cinza volante e hidróxido de sódio. 2013. 193 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

LODEIRO, I. G. et al. Use of industrial by-products as alkaline cement activators. *Construction and Building Materials*, v. 253, p. 119000, 2020.

LONGHI, M. A. Álcali-ativação do lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

MABROUM, S. S.; MOUKANNAA, A.; MACHI, E. Y.; TAHA, M.; BENZAAZOUA, R. Mine wastes based geopolymers: A critical review. *Cleaner Engineering and Technology*, v. 1, 2020, p. 100014. ISSN 2666-7908.

MANJU, U. et al. I-sand: An environment friendly alternative to river sand in Reinforced Cement Concrete constructions. *Construction and Building Materials*, v. 125, p. 1152-1157, 2016.

MARTINS, N. P. Microestrutura e propriedades mecânicas de argamassas contendo escória de alto-forno in natura. 2016. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Civil) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*. São Paulo: Pini, 1994.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concrete: Microstructure, Properties, and Materials*. 4. ed. New York: McGraw-Hill Professional Publishing, 2014.

MEHTA, A.; RAFAT, S. Sustainable Geopolymer Concrete Using Ground Granulated Blast Furnace Slag and Rice Husk Ash: Strength and Permeability Properties. *Journal of Cleaner Production*, v. 205, p. 49-57, 2018.

MILLIKEN. Milliken Infrastructure Solutions, 2017. Disponível em: Acesso em: 12 nov. 2023.

MHAYA, K. M.; SHAHIDAN, S.; GOEL, A. et al. Effect of metakaolin content and shape design on strength performance of lightweight rubberized geopolymer mortars incorporated slag-waste glass powders. *Construction and Building Materials*, v. 432, p. 136500, 2024.

MOHAMED, A. Y.; YARA, E. K.; KHALED, A. E.; BASSAM, A. A. Behavior evaluation of sustainable high strength geopolymer concrete based on fly ash, metakaolin, and slag. *Case Studies in Construction Materials*, v. 16, p. e00976, 2022. ISSN 2214-5095.

MORSY, M. S. et al. Facile production of nano-scale metakaolin: An investigation into mortar. *Construction and Building Materials*, v. 172, p. 243-250, maio 2018.

MOURA, J. Desenvolvimento de geopolímero a partir de cinza de olaria, refratário dolomítico post-mortem e metacaulim. 2014. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Marabá, 2014.

NITA, C. Utilização de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibra de celulose e PVA. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica de São Paulo, São Paulo, 2006.

NUAKLONG, P.; SATA, V.; CHINDAPRASIRT, P. Propriedades de concreto de geopolímero de cinzas volantes com alto teor de cálcio e metacaulim contendo agregado reciclado de espécimes de concreto triturado. *Construction and Building Materials*, 2018.

OLIVEIRA, É. A.; FENILLI, F. G. Estudo de dosagem para determinação de traço de concreto. Engenharia Civil - Pedra Branca, 2019.

ONU. Objetivos de Desenvolvimento Sustentável. Disponível em: <https://sdgs.un.org/goals>. Acesso em: 3 dez. 2024.

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Influence of sodium carbonate addition on the thermal reactivity of tungsten mine waste mud based binders. *Construction and Building Materials*, v. 24, n. 1, p. 56-60, 2010.

PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. Alkali-activated fly ashes: A cement for the future. *Cement and Concrete Research*, v. 29, n. 8, p. 1323-1329, 1999.

PARTSCHEFELD, S.; WIEGAND, T.; BELLMANN, F.; OSBURG, A. Formação de geopolímeros usando solução de silicato de sódio e ortofosfato de alumínio. *Materiais*, v. 13, n. 18, p. 4202, 2020.

PEILIANG, C.; LINNA, M. Using silica fume for improvement of fly ash/slag based geopolymer activated with calcium carbide residue and gypsum. *Construction and Building Materials*, v. 275, p. 122171, 2021. ISSN 0950-0618.

PHOO-NGERNKHAM, T. et al. Effects of sodium hydroxide and sodium silicate solutions on compressive and shear bond strengths of FA-GBFS geopolymer. *Construction and Building Materials*, v. 91, p. 18, 2015.

PINTO, A. T. Introdução ao estudo dos geopolímeros. Vila Real: Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro, 2006.

PORTO, A. B. R. Estudo do Concreto Geopolimérico a partir de Metacaulim da Região Norte com Adição de Escória de Alto-forno. 2019. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

PROVIS, J. L.; BERNAL, S. A. Geopolymers and Related Alkali-Activated Materials. *Annual Review of Materials Research*, v. 44, p. 299-327, 2014.

PROVIS, J. L. Modelling the formation of geopolymers. 2006. Doctoral dissertation - The University of Melbourne, 2006.

PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. *Cement and Concrete Research*, v. 114, p. 40-48, 2018.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. Geopolymers – Structure, processing, properties and industrial applications. *Woodhead Publishing Limited*, 2009. ISBN 978-1-84569-6382.

PROVIS, J. L.; YONG, S. L.; DUXSON, P. Nanostructure/microstructure of metakaolin geopolymers. In: *Geopolymers*. Woodhead Publishing, 2009. p. 72-88.

PURDON, A. O. The action of alkalis on blast-furnace slag. *Journal of the Society of Chemical Industry*, v. 59, n. 9, p. 191-202, 1940.

QAIDI, S. M. A. et al. Recycling of mine tailings for the geopolymers production: A systematic review. *Case Studies in Construction Materials*, v. 16, p. e00933, 2022.

RACANELLI, A. L. Obtenção de geopolímero a partir de rejeito da lavagem de bauxita amazônica. 2022. 121 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Pará, Instituto de

Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, Belém, 2022.

RASHAD, A. M. Metakaolin as cementitious material: history, sources, production and composition – a comprehensive overview. *Construction and Building Materials*, v. 41, p. 303-318, 2013. ISSN 0950-0618.

ROCHA, T. S.; DIAS, D. P.; FRANÇA, F. C. C.; GUERRA, R. R. S.; MARQUES, L. R. C. O. Metakaolin-based geopolymer mortars with different alkaline activators (Na⁺ and K⁺). *Construction and Building Materials*, v. 178, p. 453-461, 2018. ISSN 0950-0618.

SALAHUDDIN, M. B. M.; NORKHAIRUNNISA, M.; MUSTAPHA, F. A review on thermophysical evaluation of alkali-activated geopolymers. *Ceramics International*, v. 41, n. 3, p. 4273-4281, 2015. ISSN 0272-8842.

SALOMA, A.; SAGGAFF, H.; MAWARNI, A., et al. *MATEC Web Conf.* v. 78, 2nd International Conference on Green Design and Manufacture (IConGDM), 2016.

SATISH, K. D.; RAMESHWAR, S.; SARBENDU, S.; GANAPATHI, P. Measurement of metallic iron in steel making slags. *Journal of the International Measurement Confederation*, v. 131, p. 156-161, 2019.

ŞAHİN, F.; UYSAL, M.; CANPOLAT, O., et al. Effect of basalt fiber on metakaolin-based geopolymer mortars containing RILEM, basalt and recycled waste concrete aggregates. *Construction and Building Materials*, v. 301, p. 124113, 2021.

ŞAHİN, F.; UYSAL, M.; CANPOLAT, O. Systematic evaluation of the aggregate types and properties on metakaolin-based geopolymer composites. *Construction and Building Materials*, v. 278, p. 122414, 2021.

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

SHI, C.; KRIVENKO, P.; ROY, D. *Alkali-activated cement and concretes*. 1. ed. New York: Taylor & Francis, 2006.

SILVA, A. C. R. Comportamento do concreto geopolimérico para pavimento sob carregamento cíclico. 2006. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Brasil, 2006.

SILVA, A. N. Um estudo das propriedades térmicas e microestruturais dos compósitos de matriz geopolimérica reforçados com liga quasicristalina Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2009.

SINGH, B.; ISHWARYA, G.; GUPTA, M.; BHATTACHARYYA, S. K. Geopolymer concrete: a review of some recent developments. *Construction and Building Materials*, v. 85, p. 78-90, 2015.

SIQUEIRA, J. S. Reciclagem de resíduo a partir de cinzas de carvão mineral: produção de argamassas. 2011. 92 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Belém, 2011.

SOUSA, D. J. L. Caracterização geológica, mineralógica, química e física do caulim da mina da RCC – Rio Capim Caulim (PA). 2000. 116 p. Dissertação (Mestrado em Geoquímica e Petrologia) – Universidade Federal do Pará, Curso de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Centro de Geociências, Belém.

SOUZA, P. S. L. Verificação da influência do uso de metacaulim de alta reatividade nas propriedades mecânicas do concreto de alta resistência. 2003. 203 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola de Engenharia da UFRGS, Porto Alegre, 2003.

SONAFRANK, G. C. Investigating century cement production. *Cold Climate Housing Research Center (CCHRC)*, Alaska, p. 114, 2010.

SPERINCK, S.; RAITERI, P.; MARKS, N.; WRIGHT, K. Desidroxilação de caulinita em metacaulim – um estudo de dinâmica molecular. *J. Mater. Química*, 2011.

THAMILSELVI, P.; SIVA, A.; OYEJOBI, D. Geopolymer concrete: overview. *International Journal of Advanced Research in Engineering and Technology*, v. 8, n. 6, p. 10-14, 2017.

TEMUJIN, J.; VAN RIESSEN, A.; MACKENZIE, K. J. D. Preparation and characterisation of fly ash-based geopolymer mortars. *Construction and Building Materials*, v. 24, n. 10, p. 1906-1910, 2010.

TORGAL, F. P. Desenvolvimento de ligantes obtidos por ativação alcalina de lamas residuais das Minas da Panasqueira. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade da Beira Interior, Portugal, 2007.

TORGAL, F. P.; JALALI, S. Ligantes obtidos por ativação alcalina. Parte 1 – durabilidade. *Universidade do Minho, Unidade de Investigação C-TAC*, v. 37, Guimarães, Portugal, 2010.

TRINCAL, V.; STÉPHANE, M.; VIRGINIE, B.; HUGO, L.; BASTIEN, B.; AMÉLIE, C.; RAPHAËL, B.; LAURA, D. C.; MARTIN, C. Shrinkage mitigation of metakaolin-based geopolymer activated by sodium silicate solution. *Cement and Concrete Research*, v. 162, p. 106993, 2022.

UYSAL, M.; AKYUNCU, V. Durability performance of concrete incorporating Class F and Class C fly ashes. *Construction and Building Materials*, v. 34, p. 170-178, 2012.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part I. Theory and applications. *Minerals Engineering*, v. 10, n. 7, p. 659-669, 1997. ISSN 0892-6875.

VASSALO, E. A. Obtenção de geopolímeros a partir de metacaulim ativado. 2013. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

VERMA, C. et al. Epoxy resins as anticorrosive polymeric materials: a review. *Reactive & Functional Polymers*, v. 156, p. 104741, 2020.

VICKERS, L.; VAN RIESSEN, A.; RICKARD, W. D. A. Fire-resistant geopolymers: role of fibres and fillers to enhance thermal properties. Singapore: Springer, 2015.

WANG, A.; SUN, D.; HU, P.; REN, X. Experimental research on preparing geopolymeric cement with metakaolin activated by alkali activators. *Journal of Hefei University of Technology*, v. 31, n. 4, p. 617–621, 2008.

WAZIEN, A. Z. et al. Potential of geopolymer mortar as concrete repairing materials. *Materials Science Forum*, Trans Tech Publications Ltd, p. 382-387, 2016.

WEIL, M.; DOMBROWSKI, K.; BUCHWALD, A. Development of geopolymers supported by systems analysis. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM. NON-TRADITIONAL CEMENT & CONCRETE, 2., 2005. Cidade: Editora, 2005. p. 25-31.

WENDY, P. Q. N.; HON, L. L.; FOO, Y. N.; MUSTAFA, K.; JOSEPH, H. E. L. Waste-to-wealth: green potential from palm biomass in Malaysia. *Journal of Cleaner Production*, v. 34, p. 57-65, 2012. ISSN 0959-6526.

WEERACHART, T.; TIRASIT, S.; CHAI, J.; KRAIWOOD, K.; ANEK, S. Use of waste ash from palm oil industry in concrete. *Waste Management*, v. 27, n. 1, p. 81-88, 2007. ISSN 0956-053X.

WONG, L. S. Microbial cementation of ureolytic bacteria from the genus *Bacillus*: a review of the bacterial application on cement-based materials for cleaner production. *Journal of Cleaner Production*, v. 93, p. 5–17, 2015.

WONG, L. S. Durability performance of geopolymer concrete: a review. *Polymers*, v. 14, p. 868, 2022.

WILKINSON, A. et al. Development of resilient and environmentally responsible highway infrastructure solutions using geopolymer cement concrete. In: CIVIL ENGINEERING RESEARCH IN IRELAND 2016 (CERI2016) CONFERENCE. Civil Engineering Research Association of Ireland, 2016.

XIE, J. et al. Coupling effects of recycled aggregate and GGBS/metakaolin on physicochemical properties of geopolymer concrete. *Construction and Building Materials*, v. 226, p. 345-359, 2019.

YAHYA, Z.; et al. Comparative study on early strength of sodium hydroxide (NaOH) activated fly ash-based geopolymer. *AIP Conference Proceedings*, v. 1887, 2017.

YONG, C.; DONGMIN, W.; YIREN, W.; RUI, S.; YAFENG, R. Effects of the n(H₂O: Na₂Oeq) ratio on the geopolymerization process and microstructures of fly ash-based geopolymers. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 511, p. 19-28, 2019.

YOUSSEF, E.; BRAHIM, B.; KAMAL, F.; BRAHIM, A. L.; PÉREZ-VILLAREJO, A.; AYOUB, A.; LAHCEN, B.; ABDELJALIL, B.; RUI, M. N. 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, 2023. ISSN 0950-0618.

YUN, K.; CHOI, P. Causes and controls of cracking at bridge deck overlay with very-early strength latex-modified concrete. *Construction and Building Materials*, v. 56, p. 53-62, 2014.

YUNSHENG, Z.; WEI, S.; ZONGJIN, L. Composition design and microstructural characterization of calcined kaolin-based geopolymer cement. *Applied Clay Science*, v. 47, n. 3-4, p. 271–275, 2010.

YUSOFF, S. Renewable energy from palm oil—innovation on effective utilization of waste. *Journal of Cleaner Production*, v. 14, n. 1, p. 87-93, 2006.

ZAKKA, Y. P.; LIM, N. H. A. S.; KHUN, M. C. A scientometric review of geopolymer concrete. *Journal of Cleaner Production*, v. 280, p. 124353, 2021. ISSN 0959-6526.

ZAILANI, W. W. A.; APANDI, N. M.; ADESINA, A.; ALENGARAM, U. J.; FARIS, M. A.; TAHIR, M. F. M. Physico-mechanical properties of geopolymer mortars for repair applications: impact of binder to sand ratio. *Construction and Building Materials*, v. 412, p. 134721, 2024.

ZHANG, H. et al. Deterioration of ambient-cured and heat-cured fly ash geopolymer concrete by high temperature exposure and prediction of its residual compressive strength. *Construction and Building Materials*, v. 262, p. 120924, 2020.

ZHANG, P.; ZHENG, Y.; WANG, K.; ZHANG, J. A review on properties of fresh and hardened geopolymer mortar. *Composites Part B: Engineering*, v. 152, p. 79-95, 2018.

ZHANG, Z.; HAOYANG, Y.; MENGXUE, X.; XUEMIN, C. Preparation, characterization and application of geopolymer-based tubular inorganic membrane. *Applied Clay Science*, v. 203, 2021.

ZHANG, Z. H.; ZHU, H. J.; ZHOU, C. H.; WANG, H. Geopolymer from kaolin in China: an overview. *Applied Clay Science*, v. 119, n. 1, p. 31-41, 2016.

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

ZHUANG, X. Y.; LIANG, C.; SRIDHAR, K.; CHUN, H. Z.; DONG, S. T.; HUI, M. Y.; WEI, H. Y.; HAO, W. Fly ash-based geopolymer: clean production, properties and applications. *Journal of Cleaner Production*, v. 125, p. 253-267, 2016.