

# Caracterização reológica de geopolimero em estado fluido a partir de resíduos de construção civil da cidade de Belém-PA

## Rheological characterization of geopolymerin fluid state made of construction waste from the city of Belém-PA

Letícia Eduarda Alves e Álvares<sup>1\*</sup>, Emerson Cardoso Rodrigues<sup>1</sup>, Josiel Lobato Ferreira<sup>1</sup>, Julia Alves Rodrigues<sup>1</sup>, Wenderson Gomes dos Santos<sup>4</sup>, Romero Moreira de Oliveira<sup>1</sup>, Dilson Nazareno Pereira Cardoso<sup>1</sup>, Bruno Marques Viegas<sup>1</sup>

#### RESUMO

O geopolímero é um material polimérico inorgânico, também denominado de polissialatos a base de filossilicatos. Para a sua produção, neste trabalho, utilizou-se como fonte de aluminossilicatos o resíduo da construção civil, caulim calcinado à 700 °C e como solução ativadora o NaOH 8 M. Os materiais sólidos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura, fluorescência de raios X, análise granulométrica e difração de raios X. Os geopolímeros produzidos foram analisados reologicamente, aproximadamente 29 min após a produção da mistura geopolimérica, cujos resultados mostraram que o material obtido possui características segundo o modelo de Herschel-Bulkley, sendo um fluido não newtoniano.

Palavras-chave: Geopolímero; Reologia; Caulim;

#### ABSTRACT

The geopolymer is an inorganic polymeric material, also called polysialates based on phyllosilicates. For its production, in this work, the civil construction waste was used as a source of aluminosilicates, kaolin calcined at 700 °C and NaOH 8 M as activating solution. The solid materials were characterized by scanning electron microscopy, ray fluorescence X, granulometric analysis and X-ray diffraction. The geopolymers produced were rheologically analyzed, approximately 29 min after the production of the geopolymeric mixture, whose results showed that the material obtained has characteristics according to the Herschel-Bulkley model, being a non-Newtonian fluid.

Keywords: Geopolymer, Rheology, Kaolin

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Instuição de afiliação 1. Universidade Federal do Pará

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Instuição de afiliação 2. Universidade Federal do Amazonas

<sup>\*</sup>E-mail: leaa1702@gmail.com

## INTRODUÇÃO

Com o crescente aumento populacional, cresce também um aumento da demanda de moradia. Essas mudanças impactam o setor da construção civil e do meio ambiente, principalmente por conta da elaboração do cimento Portland, pois para cada tonelada de cimento produzido é gerado 0,95 toneladas de CO2, além da grande energia utilizada em sua produção.

O geopolímero é um material polimérico inorgânico, também denominado de polissialatos a base de filossilicatos. O termo "geopolímero" foi criado para designar as propriedades químicas do polímero inorgânico baseado em aluminossilicatos. Muitas pesquisas vêm sendo desenvolvidas sobre geopolímero (Rożek et al 2019, Dusserre et al, 2020), devido o mesmo apresentar propriedades satisfatórias, como alta resistência ao fogo, longo tempo de vida útil, baixo impacto ambiental, o que viabiliza a sua utilização como alternativa ao cimento Portland.

O processo de geopolimerização, ocorre com a polimerização que acontece por meio de uma rápida reação química em condições fortemente alcalinas. Os polissialatos formam anéis de polímeros entre Si<sup>4+</sup> e Al<sup>3+</sup> coordenados com oxigênio, variando seu estado de amorfo e semicristalino. Os geopolímeros são resistentes em contato com ácidos ou com fogo, possuem propriedades zeolíticas, sendo de grande utilidade para a contenção de resíduos tóxicos e apresentam um baixo tempo de cura em baixas temperaturas.

Neste trabalho foi produzido um geopolímero utilizando caulim e resíduo da construção civil, cujas propriedades foram analisadas em termos reológicos visando avaliar as características de viscosidade para materiais alternativos ao concreto.

## MATERIAIS E MÉTODOS Materiais

Como fonte de aluminossilicatos, utilizou-se os seguintes materiais: metacaulim, proveniente do caulim de Ipixuna, e resíduo da construção civil (RCC). Para que ocorresse a geopolimerização, utilizou-se como solução ativadora o NaOH 8M. O RCC

e o metacaulim foram submetidos aos processos de separação, britagem e cominuição em moinho de bolas, visando sua adequação à norma NBR 7211/2005. Para obtenção do metacaulim, o caulim foi calcinado à 700 °C por 2 horas, cujas etapas para a produção e caracterização do geopolímero estão apresentadas na Figura 1.



Figura 1 – Fluxograma da produção e caracterização do geopolímero

Fonte: Autores (2022)

Foi preparada uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) com 99% de pureza a 8 M. Conforme apresentado na Figura 1, para cada amostra, denominadas traço, foram necessários 200 ml de NaOH e 330g de mistura (RCC e metacaulim). Para o traço 1 a proporção foi de 80% de metacaulim; no 2 essa proporção foi de 70%, enquanto que para o 3 foi de 60%. Em seguida, as fases foram homogeneizadas em um misturador por 10 minutos, para então serem colocadas nos moldes e serem submetidas a agitação por aproximadamente 1 min, para retirar bolhas de ar.

#### Métodos

Caracterização das matérias-primas:

Análise granulométrica: essa análise foi feita segundo a norma NBR 7217/1987 para agregados miúdos. Foram pesados 500 g de material em uma balança semianalítica. Em seguida, foi realizada a análise granulométrica.

Difração de raios X (DRX): o DRX foi necessário para identificar a presença da caulinita e quartzo nas amostras de caulim e RCC. A análise de DRX foi realizada em um Difratômetro de raios X modelo X'Pert Pro MPD (PW 3040/60) PANalytical, no Instituto de Geociências, da UFPA.

Fluorescência de raios X (FRX): a determinação da composição química do material foi feita em um espectrômetro WDS sequencial PANalytical, modelo AxiosMinerals, realizada no Instituto de Geociências da UFPA.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV): o RCC e o metacaulim foram submetidos à análise de microscopia eletrônica de varredura, no Laboratório de Microscopia da Faculdade de Engenharia Química, UFPA em microscópio TM 3000, HITACHI acoplado a um sistema de obtenção e identificação de padrões de difração de elétrons retroespalhados.

#### Formulações

Segundo Davidovits (2008), os melhores resultados para a geopolimerização ocorrem quando a pasta geopolimérica apresenta razão sólido/líquido próxima de 1,4, como apresentado por Maccarini 2015, e razão SiO2/AL2O3 próxima ao intervalo de 3,3 – 4. Dessa forma, os traços foram elaborados para uma razão sólido/líquido de 1,65 e as razões de SiO2/Al2O3 foram calculadas através da composição química obtida no FRX. Os corpos de prova foram colocados em moldes de 50 mm de diâmetro e 10 mm de altura, de acordo com a NBR 7215/1996. Os traços formulados e as razões SiO2/Al2O3 estão apresentados na tabela 1.

Traço	SiO2/Al2O3	Metacaulim (%)	<b>RCC</b> (%)
1	2,97	80	20
2	3,54	70	30
3	4,28	60	40

Tabela 1 – Matriz geopolimérica

Fonte: Autores (2022)

## **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

A Figura 2 apresenta a análise granulométrica do RCC.



Figura 2 – Análise granulométrica do RCC

Observa-se a partir da curva de distribuição granulométrica do RCC, na Figura 2, que o material apresenta partículas com diâmetros próximos de d10 de 1,1mm, d50 de 0,2 mm e d90 de 0,1 mm. Os resultados indicaram que esse material apresenta uma distribuição granulométrica adequada, sendo importante para a resistência do

Fonte: Autores (2022)

geopolímero por ter uma grande superfície de reação e pelo melhor empacotamento das partículas, cujos próximos aos dos encontrados por Calcado (2015).

A Figura 3 apresenta a difração de raios X do RCC, a qual é possível observar a presença de um pico de quartzo em aproximadamente 28 graus, que é seu principal componente, além de picos menores de albita e calcita, provavelmente provenientes de materiais cimentícios presentes na composição do material utilizado.



**Figura 3** – DRX do RCC

Fonte: Autores (2022)

A Tabela 2 apresenta a análise fluorescência de raios X do RCC, o qual é formado majoritariamente por SiO2, com aproximadamente 77% em peso, além de Al2O3 com 2,46% em peso. Essas características, demonstram que esse é um material viável para elaboração de geopolímeros, tendo em vista que tais materiais devem ser fontes de aluminossilicatos. Em menores quantidades, pode-se observar os óxidos de, magnésio e titânio.

Componente	<b>Conc.</b> (%)
$SiO_2$	77,08
CaO	9,21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,46
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,18
MgO	0,96
TiO	0,49
K <sub>2</sub> O	0,12
Perda ao fogo	7,53

**Tabela 2** – Composição química do RCC

Fonte: Autores (2022)

A Figura 4 mostra a morfologia do RCC em termos da análise de microscopia eletrônica de varredura. A microanálise de EDS do material apresentou em todos os pontos analisados porcentagens de silício, cálcio, alumínio, além de traços de titânio, iodo, magnésio e manganês.



#### Figura 4 – MEV do RCC

Fonte: Autores (2022)

De acordo com a Figura 5, onde é apresentado a análise de difração de raios X do Caulim, observa-se a presença de picos de caulinita aproximadamente em 12 e 25 graus, sendo esse o seu principal mineral, além de apresentar também um pequeno pico de quartzo.



Figura 5 – DRX do Caulim

Fonte: Autores (2022)

A análise de fluorescência de raios X do caulim é apresentada por meio da Tabela 5. Observa-se uma alta concentração de aluminossilicatos presentes neste material, com 37,32% de  $Al_2O_3$  e 47,08% de  $SiO_2$ , para que ocorra a reação de geopolimerização.

Tabela 5 –	FRX	do	caulim
------------	-----	----	--------

Óxidos	Concentração (%)	Valores Teóricos (%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	37,32	39,95
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,53	-
Na <sub>2</sub> O	0,19	-
P2O5	0,1	-
SiO <sub>2</sub>	47,08	46,51

TiO <sub>2</sub>	0,42	-
Perda ao Fogo	14,36	13,95
	Fonte: Autores (20	022)

A morfologia das partículas de caulim foi obtida através da Microscopia Eletrônica de Varredura acoplado a um sistema de obtenção e identificação de padrões de difração de elétrons retroespalhados, que forneceu através da espectroscopia de raios X dispersivos em energia (EDS) a composição das amostras. Pode observar, por meio da Figura 6, que o material possui alta capacidade de aglomeração.

Figura 6 – MEV do Caulim



Fonte: Autores (2022)

Através dos gráficos das Figuras 7 e 8, pode-se observar que, em termos reológicos, os traços analisados apresentaram semelhanças em relação as suas curvas de fluxo, independentemente de suas diferentes composições. A justificativa para este fato é que a quantidade de água na mistura em conjunto a homogeneização do material foi semelhante para os traços analisados.





Fonte: Autores (2022)

Figura 8: Gráfico da viscosidade aparente



Fonte: Autores (2022)

Através dos resultados presentes na Tabela 6, observa-se que entre os modelos de Herschel-Bulkley, Power Law e Binghan, o que melhor se ajustou ao comportamento reológico, considerando os 3 traços, foi o modelo de Herschel-Bulkley, devido seu maior coeficiente de determinação R2 nos três casos. O maior coeficiente de determinação indica que o conjunto numérico de parâmetros (N, K,  $\eta$ , p e o  $\tau$ ) do modelo reológico se ajustou melhor aos dados experimentais.

De acordo com a Tabela 6, as pastas geopoliméricas apresentaram comportamento não newtoniano, pois a viscosidade aparente ( $\eta$ ) decresce com o aumento da taxa de cisalhamento ( $\gamma^{\circ}$ ) e o índice de comportamento (n) de todos os geopolímeros foi menor que 1.

Т				Bingham		
R		τ <sub>0</sub> (Pa) 204,3		η <sub>p</sub> (Pa.s) 87,88		R <sup>2</sup> 0,8947
А	1			Power Law		
Ç		А		В		$\mathbb{R}^2$
0		116,8		0,042		0,955
				Herschel-Bulkley		
		$(\mathbf{D})$ 1 (0)	Κ		Ν	$\mathbb{R}^2$
		$\tau_0$ (Pa) 160	520,3		0,18	0,96
				Bingham		
T R		τ <sub>0</sub> (Pa) 137,3		η <sub>p</sub> (Pa.s) 10,29		R <sup>2</sup> 0,9582
А	2			Power Law		
Ç		K		Ν		$\mathbb{R}^2$
0		73,55		0,5417		0,9924
				Herschel-Bulkley		
		τ <sub>0</sub> (Pa) 85,67	K 125,7		N 0,43	R <sup>2</sup> 0,99
				Bingham		
Т		$\tau_0$ (Pa)		$\eta_p(Pa.s)$		$\mathbb{R}^2$
R		139,7		10,5		0,9567
А	3			Power Law		
Ç		K		Ν		<b>R</b> <sup>2</sup>

Tabela 6 – Modelos Reológicos

0	74,97		0,5418	0,9916
	Herschel-Bulkley			
	$\tau_0$ (Pa)	K	Ν	$\mathbb{R}^2$
	89,24	129,4	0,434	0,9944
		Fonte: Au	utores (2022)	

Sendo  $\eta$ = Viscosidade Aparente (Pa.s); K= Índice de consistência (Pa.sn ); N=Índice de comportamento (adimensional);  $\gamma \circ$  = Taxa de deformação (s-1 );  $\eta p$  = Viscosidade plástica;  $\tau o$  = Tensão limite de escoamento.

## CONCLUSÕES

Considerando os três traços de geopolímero produzidos, a modelagem reológica apresentou um melhor ajuste para o modelo de Herschel-Bulkley, com maior coeficiente de determinação para os três casos analisados.

As formulações geopoliméricas apresentaram comportamento não newtoniano, observado pela diminuição da viscosidade aparente ( $\eta$ ) como o aumento da taxa de cisalhamento ( $\gamma^{\circ}$ ).

### AGRADECIMENTOS

A realização desta pesquisa não seria possível sem o apoio dos seguintes laboratórios: Laboratório de reologia da faculdade de engenharia química da Universidade Federal do Pará (LABREO); Laboratório da faculdade de Engenharia Civil da Universidade Federal do Pará; Laboratório de Engenharia Mecânica da UFPA (GEPEMAT); Laboratório de difração de raios X do Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará; Laboratório de Microscopia da Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal do Pará; Laboratório de Engenharia Civil da Universidade Federal do Pará campus Tucuruí.

## REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7211. Agregados para concreto – especificação, Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**. Cimento Portland – determinação da resistência à compressão, Rio de Janeiro/RJ. 1996.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7217**. Determinação de composição granulométrica dos agregados, Rio de Janeiro/RJ. 1987.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13281**. Argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos, Rio de Janeiro/RJ. 2005.

BOCA SANTA, Rozineide. Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel, Florianópolis, 2012. (**Dissertação de Mestrado em Engenharia Química**).

BRITO, W. S.; BRUM, S. M.; SILVA, A. L.M. F.; et al. Avaliação do comportamento reológica e mecânico de geopolímero sintetizado com reaproveitamento de resíduo.**Revista Matéria**, v.23, n.3, 2018.

CARDOSO, Dilson Nazareno; FELIPE, Augusta Maria Paulain Ferreira ; RODRIGUES, Emerson Cardoso ; FERREIRA, Josiel Lobato ; ALVES E ÁLVARES, Letícia Eduarda; OLIVEIRA, Romero Moreira De ; SANTOS, Wenderson Gomes dos ; SOUZA, José Antônio Da Silva . Produção de geopolimeros ativado alcalinamente utilizando resíduos de construção e demolição (RCD). **CONJECTURAS**, v. 21, p. 1-8, 2021. CARDOSO, D. N. P.; MACEDO, A. N. ; RACANELLI, L. A. ; SANTOS, W. G. ; OLIVEIRA, R. M. ; RODRIGUES, E. C. ; SOUZA, J. A. S. ; FELIPE, A.M.P.F . Studies of the application of polymeric additive in the workability of cemential materials prepared with recycled raw material. **Brazilian Applied Science Review**, v. 4, p. 370-381, 2020.

C. G. S. Severo et al Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente. Revista Eletrônica de Materiais e Processos / ISSN 1809-8797 / v.8.2 (2013) 55 – 67

DAVIDOVITS, J. Geopolymer Chemistry e Aplication. **Institute Geopolymere**, 2<sup>a</sup> edição, 2008.

MACCARINI, Helena. Desenvolvimento de geopolímero a partir do uso de mataculim, Joinville, 2015. (Trabalho de Conclusão de Curso de Engenharia de Infraestrutura). Dusserre, Gilles, Anaïs Farrugia, and Thierry Cutard. "Rheology Evolution of a Geopolymer Precursor Aqueous Suspension during Aging." **International Journal of Applied Ceramic Technology** 17.4 (2020): 1802-810. Web.

ROŻEK, PIOTR, Magdalena KRÓL, and Włodzimierz MOZGAWA. "Geopolymerzeolite Composites: A Review." **Journal of Cleaner Production** 230 (2019): 557-79.

Recebido em: 03/11/2022 Aprovado em: 05/12/2022 Publicado em: 08/12/2022