



SÍNTESE DE MATERIAIS GEOPOLIMÉRICOS USANDO COMO ATIVADOR ALCALINO KOH

André Miranda da Silva¹; Carlos Eduardo Pereira¹; Franciele Oliveira Costa¹; Bianca Viana de Sousa¹

¹ Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química –
andre.equfcg@gmail.com

RESUMO

Os geopolímeros são polímeros inorgânicos cuja obtenção se dá pela polimerização de matérias-primas naturais de origem geológica contendo aluminossilicatos. O objetivo deste trabalho é a síntese de materiais geopoliméricos utilizando o hidróxido de potássio como ativador alcalino. O processo de geopolimerização envolve a reação química sob condições altamente alcalinas dos minerais Al-Si, produzindo a ligação polimérica Si-O-Al-O. A matéria-prima utilizada nesta pesquisa para a obtenção dos materiais geopoliméricos foi a escória e como fonte complementar de sílica foi usado o metassilicato de sódio. Para verificar o efeito da matéria-prima foi necessária a caracterização química e morfológica da escória, essas caracterizações comprovaram que o resíduo contém os grupos silicato e aluminato, componentes essenciais para a síntese de materiais geopoliméricos. Após sintetizados, os materiais geopoliméricos foram caracterizados, caracterizações as quais confirmaram a obtenção do material geopolimérico e mostram o comportamento morfológico e mecânico do material.

Palavras-chave: geopolímero, escória, KOH.

1. INTRODUÇÃO

O termo "geopolimérico" foi primeiro aplicado por Davidovits para definir um tipo de polímero inorgânico possuindo uma estrutura caracterizada entre amorfa e semi-cristalina formada pela policondensação individual de tetraedros do tipo $[\text{SiO}_4]^{4-}$ e $[\text{AlO}_4]^{5-}$. A reação entre o silício e o alumínio resulta em uma estrutura do polímero com uma carga líquida negativa, que é compensada por cátions de metais alcalinos [DUXSON *et al.* 2007e HE *et al.* 2012].

A escolha do tipo do metal alcalino utilizado durante a síntese do geopolímero depende da fonte dos materiais, bem como a aplicação dos geopolímeros [VAN JAARVELD *et al.*, 1997]. Teoricamente, qualquer metal alcalino ou alcalino terroso pode ser

utilizado como elemento alcalino nas reações de geopolimerização. No entanto, a maioria dos estudos tem focado sobre o efeito de sódio (Na^+), do potássio (K^+) e ainda de soluções de silicato de sódio (Na_2SiO_4) como material precursor.

Materiais residuais como cinzas volantes, escória de forno e resíduos de minerais contêm quantidades suficientes de alumina e sílica reativas que podem ser usados como materiais de partida para reações de geopolimerização [VAN JAARVELD *et al.*, 2002]. Entende-se por geopolimerização, a reação de polimerização de compostos aluminossilicatos que ocorre em meio alcalino, na presença de hidróxido ou silicato de potássio ou de sódio, ou seja, a reação de geopolimerização também é conhecida como ativação alcalina [FERNANDEZ *et al.*, 2005].



Durante a síntese, os cátions de metais alcalinos desempenham um papel muito importante na ordenação das moléculas de água e, depois, na solubilização das espécies para começar o processo de nucleação que conduzirá à formação da estrutura. O tamanho do cátion, também afeta a morfologia do cristal, sendo o potássio responsável por um maior grau de condensação, quando comparado ao sódio, sob as mesmas condições [MARINHO *et al.*, 2004].

Altan e Erdogan [2012] investigaram o desenvolvimento da resistência de argamassas de escória álcali ativadas, com hidróxido de Na⁺ e K⁺ e silicato de sódio, em temperaturas elevada e ambiente. Foi verificado que a solução de NaOH influencia diretamente na velocidade de ganho de resistência e na resistência final das misturas curadas a temperatura ambiente, uma vez que afeta a taxa e a quantidade de dissolução da escória.

Baseado nesse contexto, este trabalho teve como objetivo avaliar a influência do ativador alcalino (KOH) nas propriedades mecânicas do material geopolimérico sintetizado.

2. METODOLOGIA

2.1 Preparação do material geopolimérico

Para a obtenção do material geopolimérico foi realizada as seguintes etapas: a escória e o metasilicato de sódio foram misturados manualmente com água destilada, por cerca de 10 minutos, até obter uma mistura homogênea. A esta mistura foi adicionado a solução alcalina sob agitação mecânica por mais 10 minutos até obter uma mistura homogênea. O material obtido foi transferido para o molde e submetido a um tratamento térmico em estufa por 24 e 48 h a 60 °C, após esse período o material permaneceu curando em temperatura ambiente, por até 28 dias. As superfícies dos moldes foram cobertas

com filme de polietileno. De acordo com Barbosa [1999], esse processo evita a evaporação excessiva da água na ativação alcalina na amostra durante a cura térmica, é um passo importante porque a água é necessária para a polimerização. O material que recebeu tratamento térmico de 24 h em estufa foi denominado de Geo 1 e que recebeu 48 h de tratamento térmico foi denominado de Geo 2.

2.2 Caracterização

2.2.1 Espectroscopia de raios X por energia (EDX)

Para determinar a composição da escória, foi utilizado um Espectrômetro de Raios X por Energia Dispersiva – EDX-700 Shimadzu.

2.2.2 Difratometria de raios-X (DRX)

O aparelho utilizado foi XRD 6000 da marca Shimadzu, com radiação K do cobre, tensão de 40KV, corrente de 30 mA, tamanho do passo de 0,020 e tempo por passo de 1,000s. A amostra foi varrida na faixa de 2θ de 4 a 45°. Os valores de espaçamentos interplanares $d_{(hkl)}$ podem ser obtidos usando a Lei de Bragg, Equação 1:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{(hkl)} \cdot \sin \theta \quad [1]$$

Em que:
Comprimento de onda (λ) = 1,5418 Å;
 $d_{(hkl)}$: distância entre o índice de planos (hkl);
hkl: índice de Miller;

2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises foram realizadas no aparelho da Shimadzu SSX-55. Para a obtenção das micrografias, os corpos de provas foram cortados em formas quadráticas na superfície do material.

2.2.4 Resistência à flexão



Os ensaios de resistência mecânica foram realizados em um equipamento de ensaios universais da Shimadzu, as amostras foram feitas de forma cilíndricas com dimensões de 50 mm de altura e 20 mm de diâmetro.

elevada resistência de material geopolimérico.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização da Escória

3.1.1 Espectroscopia de raios X por energia (EDX)

A Tabela 1 apresenta a composição química, na forma de óxidos, das amostras do resíduo de escória, para ser aplicado na obtenção de geopolímero.

Tabela 1: Composição química da amostra de resíduo da escória.

Componentes	% EGAF
CaO	39,87
Fe ₂ O ₃	27,65
SiO ₂	11,02
MgO	8,23
Al ₂ O ₃	4,62
P ₂ O ₅	1,66
TiO ₂	0,48
SO ₃	0,39
Outros	0,65

A escória é o precursor geopolimérico que fornece ao meio aluminossilicatos (Al₂O₃ e SiO₂) necessários para a reação de geopolimerização. Constatou-se que a escória empregada possui, em média 15,44% destes dois óxidos. Além de apresentar um alto teor de cálcio (47,945%), o que favorece a formação do silicato de cálcio hidratado e a reação pozolônica e, conseqüentemente, a uma

3.1.2 Difratometria de raios-X (DRX)

O resultado de difratometria de raios X do material é apresentado na Figura 1.

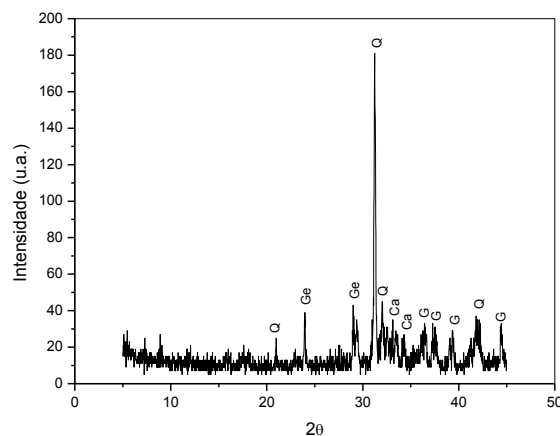


Figura 1: Difratoograma do resíduo de escória.

Legenda: Ge = gehlenita, Ca = calcita, G = gibbsita e Q = quartzo.

Analisando o difratograma é possível observar picos a (4,23, 2,85, 2,78, 2,16 e 2,03 Å) que são característicos da presença de sílica [SiO₂] na forma de quartzo. Nos picos (3,71, e 3,07 Å), foi caracterizada a presença da gehlenita [Ca₂Al₂SiO₂].

Os picos apresentados no resíduo (2,70 e 2,67 Å) são característicos da calcita [CaCO₃]. Os picos (2,41, 2,29 e 2,03 Å) caracteriza a presença de gibbsita [Al(OH)₃].

3.1.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A Figura 2 (a, b) apresenta as micrografias da EGAF, com ampliações de 500X e 2000X.

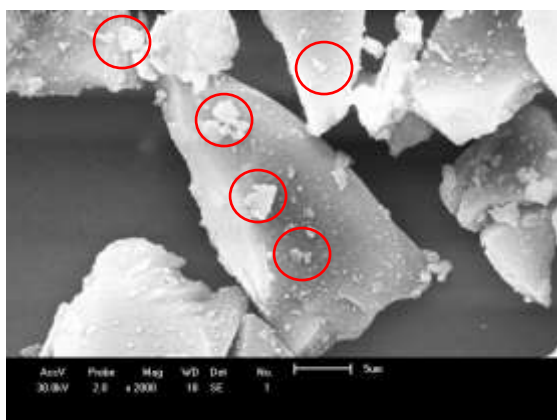
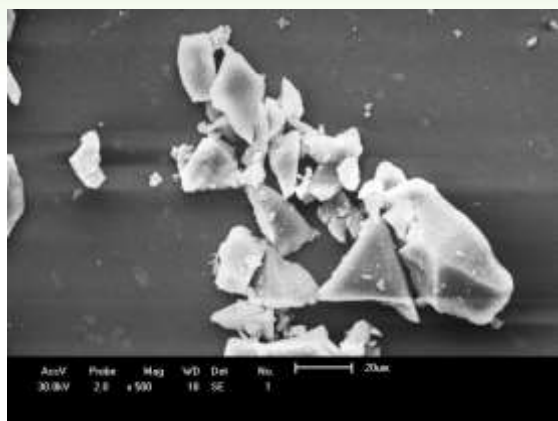


Figura 2: Micrografias da EGAF, (a) 500X e (b) 2000X.

A partir das imagens obtidas através da microscopia eletrônica de varredura, percebe-se que a escória apresenta uma morfologia de formas variadas, medindo em média 28 μm de acordo com a Figura 2a, sendo 1,8 cm equivalente a 20 μm . Com a aproximação da imagem (Figura 2b), é possível observar partículas menores na superfície que pode ser atribuída a presença de sílica.

3.2 Caracterização do Material Geopolimérico

3.2.1 Difratometria de Raios-X (DRX)

O resultado de difratometria de raios X dos materiais é apresentado na Figura 3.

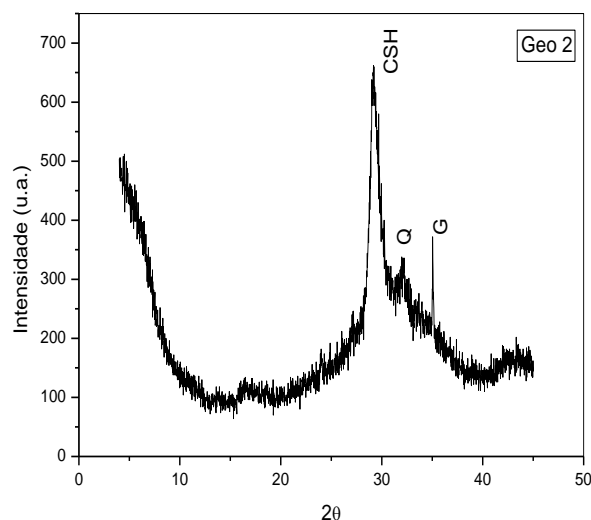
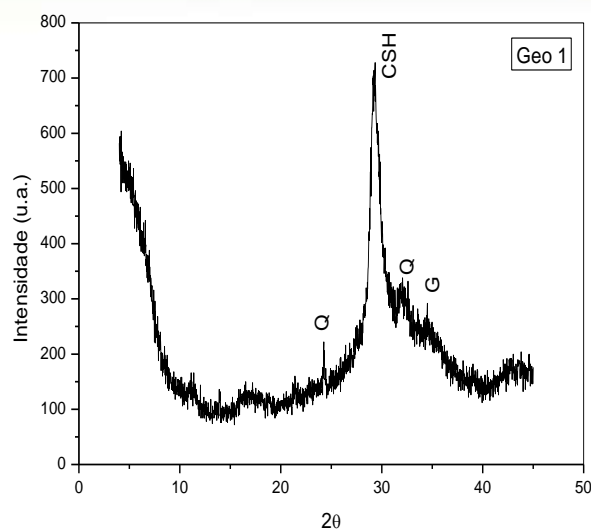


Figura 3: Difratomogramas dos materiais geopoliméricos sintetizados.

Legenda: CSH = silicato de cálcio hidratado, G = gibbsita e Q = quartzo.

Através do difratograma do Geo 1 é possível observar pico a (3,69 e 2,79 Å) característico da sílica [SiO_2] na forma de quartzo e no Geo 2 foi observado no pico (2,80 Å). A presença do hidróxido de alumínio [Al(OH)_3] foi caracterizado no pico (2,60 Å) no Geo 1 e no pico (2,55 Å) no Geo 2, na forma de gibbsita.

O pico apresentado tanto no material Geo 1 quanto no material Geo 2 (3,04 Å) evidencia que o cálcio reagiu com a SiO_2 na presença da solução alcalina (KOH)



formando o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) que caracteriza a formação do geopolímero (LECOMTE *et al*, 2006).

3.2.2 Resistência à flexão

A Figura 4 apresenta a resistência mecânica à flexão dos materiais geopoliméricos, com o ativador alcalino 6 mol/L e tempo de cura de 7 dias e 28 dias.

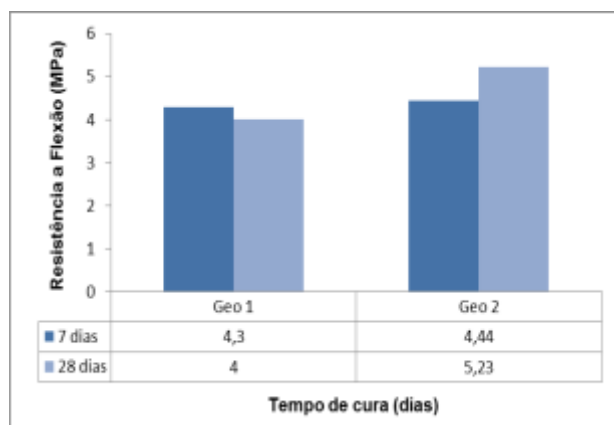


Figura 4: Resistência à flexão do material geopolimérico sintetizado, com tempo de cura de 7 e 28 dias.

A partir dos resultados observados na Figura 4, verificou-se que para o material geopolimérico (Geo 1) observou-se que com o tempo de cura de 28 dias houve uma diminuição na resistência do material. Este fato pode ser atribuído ao aparecimento de excesso de precipitado de hidróxido de cálcio no produto final (TORGAL, 2007). Já para o Geo 2, a resistência do material em 28 dias foi superior devido a um tempo maior de tratamento térmico em estufa do material favorecendo a uma maior resistência.

3.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A Figura 5 mostra as micrografias com ampliação de 100x do geopolímero sintetizado.

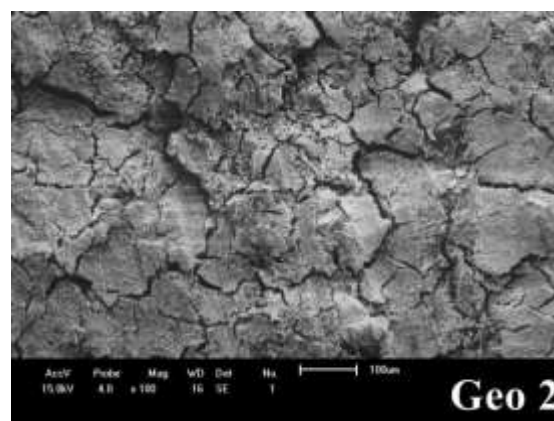
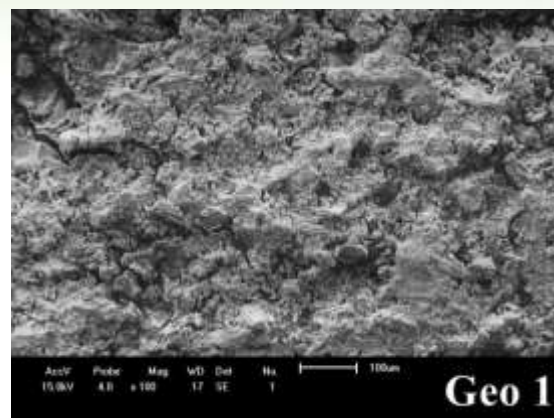


Figura 4: Micrografias das amostras Geo 1e Geo 2.

Observa-se nas micrografias (Geo 1) e (Geo 2) rachaduras que geram espaços vazios entre os agregados de partículas com morfologia uniforme. Porém, estes espaços vazios podem está interferindo na resistência mecânica, pois favorece a ruptura do material com mais facilidade. Na micrografia (Geo 2) observa-se a estrutura mais compactada isto explica o fato desta amostra apresentar uma maior resistência mecânica.

4. CONCLUSÕES

Neste trabalho de pesquisa foi possível avaliar o desempenho do ativador alcalino KOH na síntese de materiais geopoliméricos, utilizando a escória como precursor e o metassilicato de sódio como fonte complementar de sílica. Através do EDX observou a composição química do precursor, evidenciando a presença de grupos



silicatos e aluminatos. E de acordo com os difratogramas, dos materiais geopoliméricos, verificou-se a presença do pico de silicato de cálcio hidratado (CSH), como principal produto da reação de geopolimerização. O teste de resistência informou que o melhor comportamento de rompimento do material geopolimérico foi para 28 dias de cura empregando o tempo de tratamento térmico de 48 h em estufa. Na micrografia foi possível identificar que a morfologia do material é um indicativo que um maior tempo de tratamento térmico influencia nas propriedades mecânicas do material.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores deste trabalho agradecem ao CAPES/ LACCBIO / UAEG / UAEMA / UFCG.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALTAN, E.; ERDOGAN, S. T., **Alkali activation of a slag at ambient and elevated temperatures.** *Cement and Concrete Composites*, v. 34, p. 131–139, 2012.

BARBOSA, V. F. F. **Síntese e caracterização de Polissialatos.** 1999, 150p. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, IME/RJ, Rio de Janeiro.

DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; VAN, J. S. J., **Deventer The role of inorganic polymer technology in the development of 'Green concrete'** *Cement and Concrete Research*, v. 37, p. 1590–1597, 2007.

FERNANDEZ-JIMENEZ, A., PALOMO, A., CRIADO, M. **Microstructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model.** *Cement and Concrete Research*, v. 35, p. 1204 – 1209, 2005.

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

LECOMTE, I.; HENRISTC.; LIÉGEOIS, M.; MASARI, F.; RULMONT, A.; CLOOTS, R., **(Micro)-structural comparison between geopolymers, alkali-activated slag cement and Portland cement.** *Journal of the European Ceramic Society*, v. 26, p. 3789–3797, 2006.

MARINHO, E. P. **Desenvolvimento de pastas geopoliméricas para cimentação de poços de petróleo.** 2004 Tese (Doutorado em Centro de Ciências Exatas e da Terra) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, UFRN/RN, Natal.

TORGAL, F. P. **Desenvolvimento de ligantes obtidos por ativação alcalina de lamas residuais das minas da Panasqueira.** 2007, 423p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) Universidade da Beira Interior, UBI/ Covilhã, Portugal.

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, p. 659–69, 1997.

VAN JAARSVELD, J.; VAN DEVENTER, J. S. J., LUKEY, G. C. **The effect of composition and temperature on the properties of fly ash - and kaolinite – based geopolymers.** *Chemical Engineering Journal*, v. 89, p. 63 – 73, 2002.